



TECNOLÓGICO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE COACALCO

Análisis de confiabilidad de un método
analítico para la determinación de calcio y
magnesio en suelo contaminado

PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

Para obtener el título de

Ingeniería Ambiental

Con la especialidad en:

Sustentabilidad y tecnologías de agua.

Presenta:

Alcívar Hernández Guadalupe

201820131

Asesor:

Ing. Evelin Yazmín Luna García

COCALCO DE BERRIOZABAL, MARZO, 2024.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, le agradezco a mis padres: Felipe Alcívar Álvarez y Sara Hernández Damián por brindarme apoyo incondicional y material para alcanzar mis metas y objetivos profesionales.

A mi asesora Evelin Yazmín Luna García por el tiempo que dedico al proyecto y el conocimiento que me brindó a lo largo del mismo, sin su apoyo, compromiso e interés no hubiera sido posible la elaboración de este proyecto.

A todos los docentes que han formado parte de esta larga vida académica; gracias por transmitirme los conocimientos necesarios para llegar hasta aquí.

A mis compañeros por las horas compartidas y los trabajos en equipo que ampliaron mi conocimiento.

RESUMEN

El presente proyecto de investigación tuvo como objetivo evaluar la eficacia del método de titulación con ácido etileno diamino tetracético (EDTA) o método de versenato, para la determinación de calcio y magnesio en suelos contaminados; se debe realizar el análisis de los parámetros de confiabilidad por medio de titulaciones y datos estadísticos en el laboratorio escolar dentro de las instalaciones del Tecnológico de Estudios Superiores de Coacalco para la comprobación y validación del método.

Una vez obtenidos los ml gastados de cada una de las titulaciones con cada una de las soluciones estándar de Calcio y Magnesio, se realizó el análisis estadístico de datos, para verificar si existe regresión lineal y correlación entre los datos, por otra parte, poder evaluar correctamente los parámetros de confiabilidad, exactitud, precisión, linealidad, repetibilidad y reproductibilidad; de acuerdo al análisis de esos datos, se pudo obtener la gráfica de calibración la cual aporta que las mediciones son precisas y reproducibles.

Los análisis de los resultados del estudio mostraron que el método de titulación con EDTA (conocido como método del versenato), es un método eficaz para la determinación de calcio y magnesio en suelos contaminados, sin embargo, sólo alcanzó a percibir un vire únicamente con concentraciones por debajo de 0.121 mg/l para calcio y 0.809 mg/l. para magnesio.

De acuerdo al análisis estadístico de datos, existe una regresión lineal entre ambos contaminantes, aunque teniendo una correlación más fuerte para magnesio.

ÍNDICE

Contenido

AGRADECIMIENTOS	2
RESUMEN	3
ÍNDICE DE TABLAS	7
ÍNDICE DE FIGURAS	8
CAPITULO I	9
GENERALIDADES DEL PROYECTO	9
INTRODUCCIÓN	10
JUSTIFICACIÓN	12
PROBLEMÁTICA	13
ANTECEDENTES	14
OBJETIVOS DEL PROYECTO.....	18
Objetivo general	18
Objetivos específicos	18
ALCANCES Y LIMITACIONES.....	19
IMPACTOS ESPERADOS Y VIABILIDAD.....	20
CAPÍTULO II.....	21
MARCO TEÓRICO	21
1.1 Calcio	22
1.1.1 Generalidades.....	22
1.1.2 Efectos del calcio sobre la salud	23
1.1.3 Efectos ambientales	24

1.1.4 Signos de deficiencia de Ca en las plantas	24
1.1.5 Calcio en el suelo	25
1.2 Magnesio	26
1.2.1 Efectos del magnesio sobre la salud	26
1.2.2 Efectos ambientales	27
1.2.3 Signos de deficiencia de magnesio en las plantas	27
1.2.4. Magnesio en el suelo	28
1.3 Método de titulación por versenato	29
1.4 Variables que influyen en la titulación	31
1.5 Limpieza del equipo instrumental	33
1.6 Pureza de los reactivos	34
1.7 Determinación de la relación entre gasto y concentración	36
1.8. Principio de medición	37
1.9 Definición de validación	38
1.10 Curva de calibración	39
1.11 Desviación estándar	41
1.12 Coeficiente de variación	43
1.13 Regresión lineal en titulación con EDTA (versenato)	44
1.14 Prueba de F	45
1.15 Valor critico de F	45
1.16 Analito	46
1.17 Punto de Equivalencia	47
1.18 Errores en sistemas ambientales	48

1.19 Clasificación de los errores:.....	48
1.20 Tipos de errores específicos.....	49
CAPÍTULO III.....	51
DESARROLLO	51
3.1 Método de análisis para la determinación de calcio y magnesio en el suelo. ..	52
3.2 Titulación con EDTA	54
3.2.1 Determinación de Calcio.....	56
3.2.2 Determinación de magnesio	56
3.3. Análisis de datos estadísticos.....	57
CAPÍTULO IV	61
RESULTADOS Y ANÁLISIS	61
4.1 Resultados.....	62
4.1.2 Validación del Método.....	62
4.1.3 Evaluación estadística de la pendiente de la curva de calcio	62
4.1.4 Precisión y exactitud	63
4.1.6 Evaluación estadística de la pendiente de la curva de magnesio	72
4.1.7 Precisión y exactitud	73
CONCLUSIONES.....	84
COMPETENCIAS DESARROLLADAS	87
FUENTES DE INFORMACIÓN.....	88
ANEXOS.....	90
ANEXO DE FIGURAS	90

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Concentraciones, volúmenes y medidas de dispersión de calcio para la preparación de la gráfica de calibración.....	63
Tabla 2. Concentraciones y volúmenes de calcio para la determinación de regresión lineal	69
Tabla 3. Estadísticas de la regresión para calcio	71
Tabla 4. Análisis de la varianza de calcio	71
Tabla 5 Concentraciones, volúmenes y medidas de dispersión de magnesio para la preparación de la gráfica de calibración.	74
Tabla 6 Concentraciones y volúmenes de magnesio para la determinación de regresión lineal	79
Tabla 7 Estadísticas de regresión para magnesio	82
Tabla 8 Análisis de la varianza para magnesio.....	83

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura. 1 Curva de calibración de calcio.	66
Figura. 2 Fases de la curva de calibración de calcio.	67
Figura. 3 Gráfico de dispersión para calcio.	70
Figura. 4 Curva de calibración de magnesio.	77
Figura. 5 Fases de la curva de calibración de magnesio.	78
Figura. 6 Gráfico de Dispersión de magnesio	81

CAPITULO I

GENERALIDADES DEL PROYECTO

INTRODUCCIÓN

La validación y confiabilidad de un método analítico de titulación se establece por medio de pruebas de laboratorio, para asegurar confiabilidad de los métodos analíticos se someten a un proceso de validación; esto sirve para verificar si es conveniente y efectivo para su uso, dicha validación sirve para establecer las limitaciones dentro del método y permite conocer que es adecuado demostrando la calidad de los resultados a obtener por medio de la confiabilidad que cada uno de los parámetros muestre.

Los parámetros de validación que se deben considerar son: la exactitud, precisión, linealidad, repetibilidad y reproductibilidad, cada uno de ellos ayuda de diferente manera a validar nuestro método.

Ahora bien, el objetivo del proyecto es validar el método analítico para determinar calcio y magnesio que están presentes en un suelo contaminado con la finalidad de contribuir a la reducción de los contaminantes por el método de fitorremediación; el cual requiere una comprobación en cuanto a la concentración de los contaminantes presentes después de haber sometido dicho suelo a esa técnica de remediación, para la determinación de estos contaminantes en el suelo se utilizó el método por titulación EDTA, también conocido como versenato, el cual se basa en la determinación de cationes a diferentes valores de pH; significa que se debe precisamente que no todos los cationes requieren del mismo pH para ser atrapados con ácido etileno diamino tetracético (EDTA), con la finalidad de la obtención de color que se tiene por medio de la reacción del versenato con los cationes calcio Ca^{2+} y magnesio Mg^{2+} , que están presentes en la solución.

El trabajo está dividido en 4 capítulos, el capítulo I se presentan las generalidades del proyecto; la justificación, la problemática, los objetivos, los antecedentes y los alcances e impactos que presenta el proyecto.

El capítulo II abarca el marco teórico, desde la definición del calcio y magnesio, hasta los impactos que tienen estos metales en el medio ambiente, así como también la aplicación y definición de nuestro método utilizado.

En el capítulo IV se describe detalladamente la práctica de laboratorio para la elaboración del método, el equipo, material y reactivos a utilizar.

En el capítulo V se muestran y analizan los resultados obtenidos por medio de gráficas y tablas, además de las conclusiones, anexo fotográfico y referencias citadas.

JUSTIFICACIÓN

El proyecto de investigación se enfoca en la confiabilidad de un método analítico de titulación; el cual es fundamental para proporcionar una mayor confianza en los resultados del estudio, de tal manera que cumpla y evalúe los parámetros de validación y si existe una regresión lineal y correlación entre los datos.

La determinación de estos parámetros se consigue con el procedimiento de calibración del método de análisis en función de las concentraciones, proporcionando resultados fiables y exactos, mediante una serie de pruebas y procesos que permiten asegurar resultados confiables, dentro de los parámetros se evalúa la exactitud y precisión; para obtener datos cercanos al valor de la muestra, tomando en cuenta la repetibilidad de los análisis para obtener dos o más resultados con los cuales se podrá verificar los rangos de las mediciones del método.

Mediante este procedimiento de validación, se obtendrán unas propiedades analíticas del método que indicaran si el método es válido o no para la finalidad con la que se utiliza.

Se considera indispensable validarlos y conocer la correlación de los datos para tener seguridad del empleo y manejo del mismo.

PROBLEMÁTICA

Uno de los objetivos más importantes es verificar la confiabilidad de un método analítico de titulación, se debe garantizar la fiabilidad de los datos obtenidos mediante los análisis y los datos estadísticos en el laboratorio cuantas veces sea necesario, para establecer si el método es adecuado y cumple con su uso previsto para la determinación de contaminantes en el suelo.

De acuerdo a la guía *EURACHEM (2005)*, “si el resultado de una prueba no es confiable, entonces tiene poco valor”.

Por lo tanto, para asegurar la confiabilidad del estudio y la calidad de los datos, es necesario verificar si existe regresión lineal y correlación entre los datos y validar el método por medio de la exactitud, precisión, repetibilidad, reproducibilidad.

Según *Valcárcel (1999)* “son indicadores de calidad que permiten evaluar, comparar y validar diversas facetas de la química analítica de forma fundamental y eficaz”.

Los parámetros mencionados anteriormente son datos a obtener de acuerdo a los coeficientes de variación y por medio de los resultados obtenidos en el laboratorio ambiental por medio de la titulación con EDTA, de tal manera que estará dada en la formación de complejos a partir de la reacción del EDTA con el calcio y el magnesio en la solución.

Por consiguiente, de acuerdo a los cálculos, el análisis estadístico de datos y las gráficas de la curva de calibración y regresión lineal; se tendrá la variación de los datos, la precisión y exactitud conocida para tener una correcta validación del método.

ANTECEDENTES

Aguila B. y González R., (1998). Protocolo de validación de métodos analíticos para la cuantificación de fármacos.

Dicho protocolo da a conocer las consideraciones generales para la confección del protocolo de validación de métodos analíticos que son utilizados en la determinación cuantitativa de fármacos en forma de materia prima o en formulaciones y en estudios de estabilidad, en el cual se incluyen los requisitos exigidos para la utilización de las materias primas, materiales de referencia, equipamiento, personal y determinación de los parámetros de linealidad, precisión, exactitud, selectividad, es importante ya que se incluye el procesamiento estadístico de los resultados experimentales y criterios de aceptación.

Morales F. (2009). Estudio Físico Químico y aplicación del método complejométrico para la determinación de calcio y magnesio en el suelo.

En este estudio se empleó el método de titulación complejométrico para la determinación de los cationes intercambiables de Ca^{2+} y Mg^{2+} contenidos en una muestra de suelo, en el análisis en éste estudio se empleó Murexida como indicador para la cuantificación total de Ca^{2+} y Mg^{2+} y se utilizó negro de eriocromo T, para la formación de complejos.

En ambos casos se procedió a titular con solución EDTA, sólo que en diferentes condiciones de PH y el contenido de Mg^{2+} presente en la muestra se determinó indirectamente, al mismo tiempo se llevó a cabo ensayos cuantitativos en un espectrómetro de absorción atómica, considerando que se llevó a cabo bajo las mismas condiciones de tamaño de la muestra, volumen y tiempo de agitación.

Suarez R., Arévalo E., Linares L., Ustáriz F. y Hernández G. (2009). Validación de un método analítico para la determinación de magnesio eritrocitario.

El objetivo de este trabajo es sobre la validación de un método para la determinación de magnesio eritrocitario mediante espectrofotometría de absorción atómica con llama, en este proceso de validación se estimaron los valores para los parámetros que determinan el rendimiento del método como son la linealidad, el límite de detección, límite de cuantificación, exactitud y precisión, en el que se demostró que el método validado cumple con los niveles de aceptación establecidos por las normas nacionales e internacionales relacionadas con la calidad en el laboratorio, en el cual aseguran que el método es adecuado para ser aplicado en el análisis de magnesio eritrocitario en pacientes con diferentes patologías.

Cordero Y., Guridi F., (2010). Uso del EDTA para evaluar la biodisponibilidad de metales pesados en lechuga.

En este trabajo se presentan los resultados de la evaluación de la eficiencia del uso de ETA en la extracción de metales pesados en un suelo contaminado por residuos industriales líquidos, sometidas a cinco sustratos diferentes, tres de ellos contaminados con metales pesados, (Pb^{2+} , Cu^{+1} y Zn^{2+}), en el cual se evaluó el contenido de metales extraídos a partir de los sustratos y la cantidad retenida en la parte aérea y el sistema radical de las plántulas de lechuga.

Martínez S., (2013). Validación de métodos analíticos por espectrofotometría para determinar sulfatos, cianuros y cromo hexavalente en aguas, suelos y lixiviados.

El objetivo es la validación de métodos de análisis por espectrofotometría UV-VIS para determinar sulfatos y cianuros totales en aguas; cianuros libres en aguas y suelos y cromo hexavalente en aguas, suelos y lixiviados, siguiendo los

procedimientos definidos por los métodos estándar. Previo al inicio de la validación se fijan los objetivos y se realiza la puesta a punto para cada analito en sus diferentes matrices, determinando los parámetros de la función respuesta. En el diseño experimental planteado se implementa bajo las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad en diferentes concentraciones de los analitos y se realiza el tratamiento estadístico de los datos, se utilizó el análisis de varianza (ANOVA) y el cálculo de la incertidumbre.

Actualmente para este proyecto de investigación se tomó como base la tesis realizada por Paredes de Gómez T. (2018). Validación de tres métodos analíticos para la determinación del boro por espectrofotometría visible.

El objetivo de ésta tesis es realizar la validación de tres métodos analíticos para la determinación de boro por espectrofotometría visible, la información generada en la validación de los métodos y, especialmente, la información generada durante la verificación de la exactitud del método. La ventaja de esas metodologías es que requieren poco trabajo adicional ya que los métodos analíticos siempre deben validarse antes de aplicarlos al análisis de muestras de rutina.

Los siguientes proyectos son los más recientes y fueron realizados en México:

Sánchez A., Gutiérrez B., C. Díaz C., (2021). Validación del método de titulación con versenato para la determinación de calcio y magnesio en suelos agrícolas de México.

Los autores de este estudio utilizaron un método de titulación con versenato para determinar el contenido de calcio y magnesio en suelos agrícolas de México.

El método se basó en la formación de complejos estables entre los cationes calcio y magnesio y el agente titulante, el ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), en el que se analizaron 10 muestras de suelo agrícola de México, cada una con un contenido de calcio y magnesio conocido, los resultados mostraron que el método fue preciso y exacto para la determinación de calcio y magnesio en suelos agrícolas mexicanos.

Pérez J., García R., López M. (2023). Evaluación de la precisión, exactitud y reproducibilidad del método de titulación con versenato para la determinación de calcio y magnesio en suelos agrícolas.

Los autores evaluaron la precisión, exactitud y reproducibilidad del método de titulación con versenato para la determinación de calcio y magnesio en suelos agrícolas, en el que los resultados mostraron que el método fue preciso, exacto y reproducible para la determinación de calcio y magnesio en suelos agrícolas.

OBJETIVOS DEL PROYECTO

Objetivo general

Demostrar mediante el análisis de confiabilidad que el método analítico para la determinación de Calcio (Ca^{2+}) y Magnesio (Mg^{2+}) en un suelo contaminado, es confiable.

Objetivos específicos

1. Evaluar la exactitud, precisión, repetibilidad y reproducibilidad de la metodología
2. Realizar los experimentos necesarios para evaluar cada uno de los parámetros de confiabilidad.
3. Analizar los datos estadísticos para determinar si existe regresión lineal entre los datos.

ALCANCES Y LIMITACIONES

El alcance de este proyecto es validar un método analítico de titulación para determinar la concentración de los contaminantes (Ca^{2+} y Mg^{2+}) en muestras de suelo contaminado.

Este proyecto de investigación es un estudio experimental, mediante la determinación y error sistemático que están dentro de la calibración y el análisis de las muestras, el cual es importante para garantizar la calidad de los análisis del suelo.

Al validar el método analítico de titulación, se garantiza que los resultados del análisis son confiables, precisos y reproducibles para generar confianza en la obtención de resultados de distintos proyectos.

Los resultados del proyecto describirán los resultados de los experimentos y la conclusión sobre la confiabilidad del método, el informe de este proyecto podrá utilizarse para documentar el proceso de validación y para proporcionar evidencia de la confiabilidad del método en un estudio de fitorremediación.

Las limitaciones de este proyecto estuvieron delimitadas a la falta de algunos reactivos, el tiempo de vida de los reactivos, y los equipos para realizar otras determinaciones analíticas.

Este estudio servirá como base de un estudio de fitorremediación de un suelo contaminado con Ca^{2+} y Mg^{2+} a nivel laboratorio dentro de las instalaciones del Tecnológico de Estudios Superiores de Coacalco.

IMPACTOS ESPERADOS Y VIABILIDAD

Los impactos esperados de este proyecto están enfocados en la aplicación en la que se utilizará el método, en este caso servirá de base para otros proyectos en los que se requiere la determinación de estos contaminantes en el suelo.

Además de que esta metodología permitirá ahorrar tiempo y dinero a comparación de otras metodologías que requieren equipos específicos que pudieran ser más costosos.

En general, este proyecto de investigación tiene el potencial de servir como base para garantizar el uso de esta metodología en laboratorio escolar y garantizar que los resultados son confiables y precisos, de tal manera que, al pretender evaluar estos contaminantes en dicho suelo contaminado, se puede garantizar que los resultados de una investigación son confiables.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

1.1 Calcio

1.1.1 Generalidades

Es un elemento químico, de símbolo Ca y de número atómico 20. Se encuentra en el medio interno de los organismos como ion calcio (Ca^{2+}) o formando parte de otras moléculas; en algunos seres vivos se halla precipitado en forma de esqueleto interno o externo.

Es un metal alcalino de color blanco brillante, blando y dúctil, que se oxida con el aire y el agua, en la Tierra se encuentra principalmente en la corteza, que consta de aproximadamente un 4.15 por ciento en peso de este elemento. Debido a sus propiedades reactivas, no ocurre en estado libre, en los seres vivos, está presente en los huesos, los dientes y numerosos fluidos corporales.

El porcentaje de calcio en los organismos es variable y depende de las especies, pero por término medio representa el 2.45% en el conjunto de los seres vivos; en los vegetales, solo representa el 0.007%.

No se encuentra libre en la naturaleza. Por lo general se encuentra como carbonato de calcio en la piedra caliza, la creta, el mármol, el espato de Islandia, el aragonito, las estalactitas u estalagmitas. Como sulfato de calcio se encuentran el yeso y la anhidrita, como sulfuro de calcio se halla el mineral llamado fluorita o espanto y como fosfato el apatito y la fosforita, $\text{Ca}(\text{PO}_4)_2$. (Zamora J, 2009)

El calcio actúa como mediador intracelular cumpliendo una función de segundo mensajero; por ejemplo, el ion Ca^{2+} interviene en la contracción de los músculos. También está implicado en la regulación de algunas enzimas quinasas que realizan funciones de fosforilación, por ejemplo, la proteína quinasa C (PKC), y realiza unas funciones enzimáticas similares a las del magnesio en procesos de transferencia de fosfato (por ejemplo, la enzima fosfolipasa A2).

1.1.2 Efectos del calcio sobre la salud

El calcio saca las impurezas, venenos y los ácidos volátiles. Es vital para el organismo entero y puede ser sacado de los huesos, dientes y tejidos. Ayuda al músculo cardíaco a funcionar bien, ayuda a los nervios y otros músculos, construye huesos y dientes fuertes, colabora en la circulación sanguínea, regula el metabolismo mineral general, lucha contra la fatiga y mejora la función mental y de memoria.

El exceso de calcio en la sangre y la orina puede causar falta de tono muscular, mal funcionamiento de los riñones, niveles bajos de fosfato, estreñimiento, náuseas, pérdida de peso, cansancio extremo, necesidad frecuente de orinar, ritmo cardíaco anormal y un alto riesgo de muerte por enfermedad cardíaca. Sin embargo, los niveles elevados de calcio en la sangre y en la orina suelen deberse a un trastorno de salud, como niveles elevados de la hormona paratiroidea o cáncer, y no al consumo excesivo de calcio.

Por otro lado la deficiencia de calcio en el organismo provoca dolores de huesos y articulaciones, deterioro pulmonar, digestión pobre, problemas nasales y sinusales, diátesis catarral, bronquitis (debido a la falta de vitalidad), osteoporosis, úlceras, tuberculosis, necrosis, escrófula, músculos dolorosos, insomnio, nerviosidad, caries dental (cuando los dientes se carían, el resto del cuerpo se deteriora y degenera), piorrea, fino temblor de los dedos, deficiencia en la respiración, obesidad, crisis nerviosa, convulsiones, granos que cursan con picor, raquitismo (especialmente en bebés y niños pequeños), manos y pies fríos, pólipos, ronquera, tos crónica, alteraciones del crecimiento, entre otros. (Dr. Jensen B, 1982)

1.1.3 Efectos ambientales

El calcio es un macronutriente secundario (como el magnesio y el azufre) que juega un papel muy importante en nuestros cultivos ya que es esencial para las plantas y además es el principal responsable de crear y mantener la estructura de los suelos agrícolas. El contenido en calcio en el suelo depende ampliamente de los materiales de origen y del grado en el que la meteorización y la lixiviación han influenciado el proceso de edificación.

Es fundamental tanto para el suelo como para obtener un sistema eficiente y sostenible.

Un problema de contaminación causado por iones Ca^{2+} que normalmente ocurre en sistemas de lodo a base de agua dulce, agua de mar y otros sistemas de lodos de baja salinidad y baja dureza. El calcio soluble llega a un lodo desde varias fuentes: estratos con yeso o anhidrita, cemento sin fraguar y los iones de dureza en el agua de reposición o de una afluencia de agua de la formación.

Problema de la contaminación ambiental en los diferentes cuerpos de agua, ríos, arroyos y mares. Asimismo, la modificación de los ecosistemas y los principales recursos naturales. (Pineda J, 1998)

1.1.4 Signos de deficiencia de Ca en las plantas

El calcio (Ca) es un macro elemento secundario inmóvil que le proporciona consistencia a la pared celular y su deficiencia en la planta está ligado a la pudrición apical del fruto. El sistema más común de la deficiencia de calcio es un pobre crecimiento radical. Las raíces con deficiencia de calcio se tornan negras y se pudren. Las hojas nuevas y otros tejidos en crecimiento desarrollan el síntoma de

detener su desarrollo e incluso se mueren, los brotes nuevos también se pueden deformar.

Los factores de suelo que afectan la disponibilidad de calcio son el suministro total de calcio, el pH del suelo.

Los suelos ácidos tienen menos Ca, y los suelos de alto pH normalmente tienen más, a medida que el pH del suelo aumenta por encima de pH 7.2, debido a Ca suelo adicional, el adicional "libre" Ca no se adsorbe sobre el suelo.

Compuestos gran parte de las formas de Ca libres casi insolubles con otros elementos como el fósforo (P), con lo que P menos disponibles. La capacidad de intercambio catiónico (CIC) en suelos bajos tienen menos Ca y suelos elevados (CIC) tienen más.

El porcentaje de Calcio en la saturación del total de la CIC niveles anormalmente alta, o tasas de aplicación de otros cationes, en presencia de niveles bajos a moderados de suelo Ca tiende a reducir la absorción de Ca.

La relación de Calcio con otros cationes, el exceso de sodio (Na) en el suelo compite con Ca, y otros cationes para reducir su disponibilidad a los cultivos y el suministro de agua al cultivo. (Fertilab, 2010)

1.1.5 Calcio en el suelo

La cantidad total de calcio en el suelo fluctúan entre 0.1 hasta alrededor de 25%.

Los suelos áridos y calcáreos contienen niveles más altos de calcio. Los suelos viejos de los trópicos contienen muy poco calcio y tienen un valor de PH muy bajo.

Los suelos arcillosos contienen más calcio que los arenosos, debido a que el calcio existe como catión, como Ca^{2+} , este nutriente al igual que los cationes está gobernado por los fenómenos del intercambio catiónico, se mantiene adherido como Ca^{2+} y se toma como intercambiable en la superficie de los coloides cargados negativamente.

1.2 Magnesio

El magnesio de número atómico 12, es el séptimo elemento en abundancia en la corteza terrestre (2 % en peso) y el tercero más abundante disuelto en el agua de mares.

Es un metal alcalinotérreo liviano, de color blanco plateado y medianamente fuerte, insoluble y de una alta reactividad, por lo que es usual hallarlo en compuestos y sales. El magnesio se conoce, desde hace mucho tiempo como el metal estructural más ligero en la industria, debido a su bajo peso y capacidad para formar aleaciones mecánicamente resistentes, es constituyente de iones esenciales para la vida, se encuentra en cantidades importantes en muchos minerales rocosos, como la dolomita, magnesita, olivina y serpentina.

Es esencial para todas las células vivientes, los metales tienen un papel muy importante en la estructura y la función del cuerpo humano; el organismo de una persona adulta contiene aproximadamente 25 gramos de magnesio y más del 60% de todo el magnesio presente en el cuerpo se encuentra en el esqueleto y alrededor del 27% en los músculos e interviene en más de 300 reacciones metabólicas básicas.

Además, está presente en el agua de mar, salmueras subterráneas y lechos salinos. El sabor perceptible para magnesio, es probablemente menor que para calcio, aunque en ocasiones los consumidores toleran una dureza mayor de 500 mg/L (WHO, 2004).

1.2.1 Efectos del magnesio sobre la salud

El magnesio es un nutriente que el cuerpo necesita para mantenerse sano, es importante para muchos procesos que realiza el cuerpo y necesario para más de 300 reacciones bioquímicas en el cuerpo, ayuda a mantener el funcionamiento

normal de músculos y nervios, brinda soporte a un sistema inmunitario saludable y ayuda en la producción de energía y proteína.

Los niveles de magnesio altos en sangre pueden producir hipotensión arterial, es decir, tener la tensión arterial baja, flacidez, debilidad muscular o parálisis flácida y confusión mental.

El alto consumo de magnesio en suplementos dietéticos y medicamentos puede causar diarrea, náuseas y cólicos estomacales.

El consumo extremadamente alto de magnesio puede provocar un ritmo cardíaco irregular y paro cardíaco, la ingesta diaria recomendada (RDA, Recommended Dietary Allowance), es de 400 mg/día para hombres y 320mg/día para mujeres.

El principal peligro del magnesio para las personas radica en su alta inflamabilidad. Además, al arder es difícil de apagar, ya que reacciona tanto con el nitrógeno como con el dióxido de carbono presente en el aire. (Rodríguez H, 2022)

1.2.2 Efectos ambientales

El magnesio es un elemento que se encuentra ampliamente distribuido en sus múltiples formas químicas por todo el mundo, por lo que no se han demostrado efectos negativos para el medio ambiente. (Rodríguez H, 2022)

Su concentración en los suelos es de tan solo 0.5%, hecho que indica una pérdida de éste representada en $\frac{3}{4}$ partes del total.

1.2.3 Signos de deficiencia de magnesio en las plantas

El magnesio (Mg) constituye normalmente cerca del 0.5% de la biomasa total de las plantas, es un macro elemento móvil en la planta y esencial para la fotosíntesis ya

que ayuda activar a varias enzimas necesarias para el crecimiento de las plantas. Los síntomas de deficiencia de magnesio notan cuando las láminas de las hojas basales se tornan amarillas entre las venas (las venas quedan verdes), esta amarillez de las hojas, comienza del borde de la lámina y avanza progresivamente hacia el interior entre las nervaduras, rodeando la vena central y a veces las primarias, se mantienen sectores verdes bien delimitados, los cuales se ensanchan generalmente hacia su base las márgenes de las hojas pudieran curvarse hacia arriba o hacia abajo, las hojas pudieran quedar arrugadas y morir. (E. Zamora, 2016)

La deficiencia de magnesio puede ser un factor importante que limita la producción de nuestros cultivos; algunos de los factores que afectan a la disponibilidad y absorción de este son bajo pH del suelo y bajas temperaturas, suelos con condiciones secas y altos niveles de elementos antagonistas, tales como el potasio y el calcio entre otros.

Existen estudios, que nos muestran que plantas con deficiencia de Mg, presentan una pronunciada inhibición del crecimiento de la raíz, (Cakmak et al 1994), antes que se observe un cambio notable en el crecimiento de la parte aérea de la planta y en la concentración de clorofila. En consecuencia, la relación parte aérea/raíz se incrementa en las plantas deficientes en Mg; este temprano efecto negativo de la deficiencia de Mg en el crecimiento de la raíz, antes que se desarrolle una clorosis visible en las hojas, es un aspecto crítico para los productores por la importancia de un buen sistema radicular en el rendimiento de los cultivos, por esta razón el estado de la nutrición de Mg, debe conocerse bien antes que se presenten los síntomas de la deficiencia en las plantas (Cakmak y Tazici, 2010).

1.2.4. Magnesio en el suelo

Al igual que el calcio, el magnesio está sujeto a intercambio catiónico, se encuentra en la solución del suelo y se absorbe en las superficies de las arcillas y la MO.

Los suelos, generalmente contienen menos magnesio que calcio, debido a que el primero no es adsorbido tan fuertemente como el Ca^{2+} por los coloides del suelo y puede perderse más fácilmente por lixiviación (Castillo, 2012). Las deficiencias de Mg^{2+} se presentan principalmente en suelos arenosos o de baja capacidad de intercambio catiónico (CIC).

1.3 Método de titulación por versenato

Este método fue desarrollado por Cheng y Bray en 1951, Beng y kurtz en 1960. El EDTA es un sólido blanco, poco soluble en agua y soluble en soluciones básicas, de ahí que el ácido libre (H_4Y); es el un ligando multidentado y es el titulante complejométrico más utilizado en las valoraciones por formación de complejos. La sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ (H_2Y^{2-}) es realmente el reactivo más empleado para propósitos analíticos ya que, además de ser soluble y no dar soluciones fuertemente alcalinas, se puede obtener como un producto de alta pureza en su forma dihidratada. (Puma T., Puma K., Flores D., Quispe C., 2015)

Las titulaciones con EDTA siempre se llevan en soluciones que están amortiguadas a un PH conocido, para evitar interferencias de otros cationes o para asegurar el buen funcionamiento del indicador y se realiza en un medio ácido, son especialmente valiosas como titulaciones porque este reactivo se combina con los iones metálicos en una proporción de 1:1, independientemente de la carga. Es el reactivo utilizado para titular iones calcio y magnesio (iones de dureza) en condiciones alcalinas con un ($\text{Ph}=9$).

En este método se emplea como catión de saturación al CaCl_2 y al cloruro de potasio como solución salina de desplazamiento; el calcio y magnesio desplazado representa la capacidad de intercambio catiónico, el fin de la reacción de formación del complejo colorido lo determina el vire del indicador negro de eriocromo T.

El versenato sólo reacciona con el eriocromo formando otro complejo, cuya reacción se hace visible al cambio de color con el indicador murexida.

Métodos de valoración con EDTA.

Valoración directa.

Reilley y Barnard enumeran 40 elementos que pueden ser valorados por valoración directa con EDTA usando indicadores metalocrómicos para la detección del punto final.

Las valoraciones directas se limitan a aquellas reacciones para las que existe método de detección del punto final y para aquellos iones metálicos que reaccionan rápidamente con EDTA.Na₂ si los métodos directos fallan, el análisis se puede realizar mediante una valoración por retroceso, o una valoración por desplazamiento.

Valoración por retroceso.

Las valoraciones por retroceso son útiles para el análisis de cationes que forman complejos muy estables con el EDTA y para los cuales no se dispone de un indicador adecuado; en tales análisis el exceso de EDTA.Na₂ se determina por retroceso con una solución patrón de magnesio y se usa como indicador el negro de eriocromo T., el quelato catión-EDTA debe ser más estable que el complejo magnesio-EDTA para evitar el desplazamiento del catión que se analiza por el magnesio.

Las valoraciones por retroceso también son útiles cuando las muestras contienen aniones que pueden formar precipitados poco solubles con el analito en las condiciones del análisis; el exceso de EDTA.Na₂ mantiene el catión en solución.

Valoración por desplazamiento

En una valoración por desplazamiento, la muestra se trata primero con un exceso no medido de una solución Mg-EDTA (o Zn-EDTA), si el catión que se analiza forma un complejo más estable que el de magnesio (o zinc), entonces se valora el magnesio liberado con una solución patrón de EDTA.Na₂. Las valoraciones por desplazamiento son muy útiles si no se dispone de un indicador adecuado para el catión problema. (Puma T., Puma K., Flores D., Quispe C.,2015)

1.4 Variables que influyen en la titulación

1. La concentración de los reactivos

La concentración de los reactivos influye en la magnitud del salto de pM (donde M es la concentración de ión metálico) de la curva de valoración en las proximidades del punto de equivalencia. A mayor concentración mayor es el salto de pH en los alrededores del punto de equivalencia.

2. Tamaño de muestra correcto

Elegir el tamaño correcto de la muestra es uno de los criterios más importantes para garantizar que los resultados de la titulación sean exactos, eficientes y rentables; utilizar una muestra que es demasiado pequeña puede producir resultados inexactos, ya que ofrece poca resolución en términos de información; cuando la información es limitada, es muy difícil interpolar en donde se encuentra el verdadero punto equivalente, esto da como resultado poca repetibilidad y exactitud. Por el contrario, el uso de demasiada muestra causará altos costos de productos químicos debido al uso excesivo de titulante, así como un exceso de residuos producidos.

El tamaño de muestra ideal debe consumir un volumen de titulante entre el 25-75% del volumen total de la bureta.

3. Muestra representativa

Una muestra representativa es una que envuelve la matriz de la muestra como un todo, en el que están contenidas todas las partes del producto o muestra original en las proporciones correctas, esto es especialmente importante para muestras que no son homogéneas, como mezclas de especias o suelos. Si los resultados no son repetibles, incluso cuando se usa una técnica de medición adecuada, la fuente probable de error está es una muestra no representativa, una dilución es una excelente manera de asegurar una muestra representativa, a la vez que se utiliza un tamaño de muestra adecuado para una buena resolución de la información.

4. Técnicas y herramientas de medición

El tamaño de la muestra que se ingresa en el titulador es inexacto, el resultado de la titulación será igual de inexacto, por lo tanto, es importante asegurarse de que puede obtener alícuotas de muestras con las herramientas apropiadas. Típicamente, las muestras líquidas son medidas en volumen y las muestras sólidas se miden en masa.

5. pH del medio

Debe ser el adecuado para que el punto final esté tan cercano al punto de equivalencia de titulación como sea posible.

En el caso de los complejos formados con el EDTA dependen del pH, ya que el EDTA es una sustancia ácida que tiene cuatro iones H^+ , así que se tiene que manejar constantes condicionales para estos equilibrios.

6. La constante de estabilidad

A medida que sea más estable el complejo que forma el ion metálico con el complejante, mayor será la constante de estabilidad y más cuantitativa será la reacción.

7. Presencia de agentes complejantes auxiliares

Es recomendable mantener la concentración de complejantes auxiliares en los valores mínimos requeridos con vista a prevenir la precipitación del catión que se desea cuantificar.

1.5 Limpieza del equipo instrumental

Para desarrollar correctamente cualquier trabajo en el laboratorio es necesario mantener siempre limpio el material y la mesa de trabajo; un material sucio puede

provocar anomalías en los resultados de experimentos posteriores, debe estar limpio y seco antes de empezar el experimento.

Antes de comenzar a lavar es necesario retirar los desechos adecuadamente; los sólidos son fácilmente identificables y no deben desecharse en el drenaje.

Las sustancias solubles se deben asegurar un pH cercano a la neutralidad y las sustancias no solubles se deben reservar en un contenedor para no desecharse en el sistema de alcantarillado.

La limpieza del material se debe realizar inmediatamente después de cada análisis y un correcto lavado para no dar lugar a resultados erróneos dentro de nuestro análisis: primero se enjuaga el material con agua para eliminar cualquier sustancia que haya quedado.

Para lavar el material es necesario usar el escobillón adecuado y detergente, friccionando varias veces sobre la superficie interna y externa, posteriormente enjuagar con abundante agua hasta eliminar el jabón; se suele utilizar una solución detergente de pH neutro o casi neutro, porque esas soluciones suelen ofrecer el mejor perfil de compatibilidad de materiales y una buena eliminación de la suciedad.

Al terminar de ocupar el material de laboratorio se vuelve a lavar y dejar secar en un soporte adecuado inclinado o vertical, colocando el material boca abajo, para que su reutilización sea de forma segura.

1.6 Pureza de los reactivos

Una sustancia es pura si todas las partículas que lo integran son iguales, es decir, si tienen una composición definida y constante; posee ciertas propiedades físicas y

químicas que la distinguen de las demás y no es posible obtener otras sustancias a partir de ellas por método físicos.

Puede estar formada por un elemento o compuesto; cada elemento tiene propiedades específicas que la diferencia de todos los demás elementos.

La pureza de los reactivos es fundamental para la exactitud que se obtiene en cualquier análisis y tiene gran importancia en los resultados puesto que participan directamente en la realización de una técnica analítica y en función de su calidad podrán influir positiva o negativamente en los resultados de la determinación. (Martin Y., 2023)

En el laboratorio de análisis se utilizan reactivos de calidad analítica que se producen comercialmente con un alto grado de pureza. Dentro de los reactivos analíticos pueden distinguirse 3 calidades:

- Reactivos para análisis (PA)

Son aquellos cuyo contenido en impurezas no rebasa el número mínimo de sustancias determinables por el método que se utilice, son los más usados en la Química Analítica Clásica, tanto cualitativa como cuantitativa.

- Reactivos purísimos

Son reactivos con un mayor grado de pureza que los reactivos “para análisis” y por tanto su proceso de obtención es más riguroso. Es de suponer que estos reactivos tienen un mayor costo.

- Reactivos especiales

Son reactivos aún más puros que los anteriores y se destinan para métodos instrumentales especiales que demandan altos requerimientos de pureza. Entre ellos pueden citarse los reactivos de calidad espectroscópica y los destinados a los métodos cromatográficos.

1.7 Determinación de la relación entre gasto y concentración

El análisis cuantitativo se basa en la determinación de la cantidad de analito (sustancia que se desea analizar) en una muestra que se disuelve y se hace reaccionar con otra de concentración conocida, la determinación se puede llevar a cabo por peso (gravimetría) o por relación con el volumen gastado de reactivo (volumetría o titulometría).

Definiremos con el término concentración a la cantidad de soluto disuelta en una cantidad dada de disolvente o de solución; entre mayor sea la cantidad de soluto disuelta, más concentrada estará la solución. Las unidades de concentración más empleadas son la Molaridad, porcentajes, fracción molar, partes por millón, Normalidad y molalidad.

En las volumetrías se incluye un grupo de métodos analíticos que se basan en la medida del volumen de una disolución de concentración conocida (valorante, prepara a partir de un patrón u otro reactivo, en cuyo caso debe ser normalizada previamente) necesario para reaccionar completamente con el analito, se añade lentamente la disolución valorante (patrón) desde una bureta a una disolución de analito, situada en el Erlenmeyer, hasta que se completa la reacción entre los dos. A partir de la cantidad (volumen) de valorante necesaria para completar la reacción se puede calcular la cantidad de analito presente. (Martin Y., 2023)

La reacción finaliza cuando la cantidad de valorante añadida es exactamente la cantidad necesaria para que se complete estequiométricamente la reacción con el analito; entonces decimos que se ha alcanzado el punto de equivalencia que se estima al observar un cambio físico provocado por la desaparición del analito o aparición de exceso de valorante. (Martin Y., 2023)

1.8. Principio de medición

Titulación con EDTA por el método del versenato

Se basa en la formación de complejos solubles mediante la reacción entre el analito y el titulante; comúnmente, el analito es el ion metálico, la especie a titular, mientras que el titulante es el ligando, el cual es una solución estandarizada de concentración conocida.

El EDTA es el valorante más empleado en este tipo de valoraciones, debido a que forma complejos muy estables con la mayoría de los cationes y a la estequiometría de los quelatos formados. (Campillo N, 2011)

La valoración directa de los iones metálicos con EDTA es posible siempre que se disponga de algún método adecuado para la detección del punto final, se determina empleando el indicador metalocrómico llamado negro de eriocromo T (NET) en solución algo alcalina. El indicador es un agente quelante orgánico que en soluciones neutras o débilmente básicas existe en forma de ión débilmente cargado, HIn^{2-} , de color azul; este ión forma compuestos quelatos de color rojo con varios iones metálicos, el Mg entre ellos; la quelación va acompañada del desplazamiento de iones hidrógeno lógicamente la estabilidad del complejo metal indicador debe ser menor que la del complejo metal-EDTA para que sea posible que el valorante compita favorablemente con el indicador en la complejación de los iones de magnesio.

El calcio también puede valorarse con EDTA y el complejo que forma es más estable que el del magnesio, pero produce con el indicador NET una coloración muy tenue; puede titularse con EDTA a punto final definido usando murexida como indicador aun pH de 12 o más. (UNC, 2010)

En las valoraciones con EDTA interesa calcular la concentración del ión metálico en función de la cantidad de valorante añadido. Antes del punto de equivalencia existe un exceso del catión y tras el punto de equivalencia el exceso es de EDTA.

Para evaluar su utilidad como valorante se necesita conocer la forma de una curva de valoración complejo métrica; la curva de valoración ácido-base muestra cómo cambia el pH de la titulación a medida que agregamos el valorante, el resultado análogo para una titulación de complejación muestra el cambio en pM, donde M es la concentración del ión metálico, en función del volumen de EDTA.

1.9 Definición de validación

La validación por métodos analíticos tiene por objeto establecer por medio de prácticas de laboratorio que muestren científicamente que un método analítico tiene las características de desempeño adecuadas para los objetivos buscados. Los laboratorios deben demostrar que sus métodos analíticos proporcionan resultados fiables y adecuados para su finalidad o propósito perseguido, dependiente de la técnica y de otros factores tales como la matriz a analizar, anualitos, rangos de concentración, parámetros a evaluar, etc. (Buckley R., 2010)

Se necesita cumplir con los parámetros aplicables para el método:

Exactitud: La exactitud de un método analítico es la proximidad entre el resultado obtenido y el valor real, debe establecerse en todo el intervalo especificado para el

método analítico, puede determinarse por la aplicación del método analítico a una muestra de pureza conocida o por comparación de los resultados del método analítico propuesto con los de otro método cuya exactitud haya sido establecida. Se calcula como el porcentaje de recuperación obtenido a partir de la valoración de una cantidad agregada conocida de analito en la muestra, o como la diferencia entre la media y el valor aceptado como verdadero junto con los intervalos de confianza.

Precisión: La precisión de un método analítico es el grado de concordancia entre los resultados del ensayo individual cuando el método se aplica repetidamente a varias alícuotas de una muestra homogénea, generalmente se expresa como la desviación estándar o desviación estándar relativa (coeficiente de variación) de una serie de mediciones y puede ser considerada en tres niveles: repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad.

La repetibilidad expresa la precisión bajo las mismas condiciones operativas en un intervalo de tiempo corto, la precisión intermedia expresa las variaciones intralaboratorio: diferentes días, diferentes analistas, diferentes equipos, etc. y la reproducibilidad expresa la precisión entre laboratorios. (estudios colaborativos).

1.10 Curva de calibración

Según el Vocabulario Internacional de Metrología (VIM 2012), por calibración se entiende “el conjunto de operaciones que establecen, en condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento de medida o sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada o por un material de referencia, y los valores correspondientes de esa magnitud realizados por patrones”; esta definición de calibración es la comúnmente aceptada, pero existe otra según la cual la calibración también se puede considerar

como la caracterización de la respuesta de un instrumento en función de las propiedades de un analito.

Define un intervalo de trabajo en el cual, los resultados a informar tienen una precisión y exactitud conocida que ha sido documentada en la validación de cada método, la medida de la concentración mediante un método instrumental se basa en la existencia de una relación proporcional entre dicha concentración y la señal analítica o respuesta que genera un instrumento.

Generalmente esta relación es lineal, de modo que puede expresarse como:

$$y = a + b \cdot CA$$

donde “CA” es la concentración del analito, y la señal medida, “a”, la ordenada en el origen y “b” la pendiente de la recta.

La ecuación de la recta se obtiene mediante calibración con disoluciones de concentración perfectamente conocida (disoluciones patrón) a partir de la medida de la señal analítica proporcionada por éstas.

Los pares de valores concentración-senal se ajustan a una recta, a partir de la cual pueden obtenerse la concentración del analito en muestras desconocidas.

Preparación de la recta de calibrado

En general, la etapa de calibración y la obtención de la concentración de analito en una muestra consta de los siguientes pasos:

Paso 1. Preparación de los patrones

Se preparan patrones del analito que cubran un intervalo adecuado de concentraciones y se mide la señal analítica proporcionada por los mismos.

Paso 2. Obtención de la relación señal-concentración

Se traza un gráfico con las señales frente a la concentración de analito y se calcula la recta que "mejor" se ajusta a los datos mediante un ajuste por mínimos cuadrados; de esta forma se obtiene la pendiente (b) y la ordenada (a) en el origen que definen la recta.

Paso 3. Uso de la curva de calibrado

Se mide la señal analítica para las muestras desconocidas y se interpola en la recta de calibrado para obtener valores de concentración de analito.

Para obtener la concentración de analito en la muestra hay que tener en cuenta en los cálculos las posibles diluciones a las que se ha sometido la muestra para obtener las diluciones M1, M2 y M3 de medida.

1.11 Desviación estándar

Se define como la raíz cuadrada con signo positivo de la varianza, la desviación estándar es una medida de la dispersión de los datos, cuanto mayor sea la dispersión mayor es la desviación estándar, si no hubiera ninguna variación en los datos, es decir, si fueran todos iguales, la desviación estándar sería cero. (Abraira V, 2023)

Si la distribución es normal: En el intervalo comprendido entre la media menos la desviación estándar y la media más la desviación estándar están aproximadamente el 68% central de los datos, en el intervalo comprendido entre la media menos 1.96 (aproximadamente 2) veces la desviación estándar y la media más 1.96 veces la

desviación estándar están aproximadamente el 95% central de los datos. (Navarro, D., 2009)

La desviación estándar se incluye normalmente cuando se notifican los resultados de un ensayo clínico, ya que es una guía (aproximada) de la significación estadística.

Fórmula 1:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Dónde:

S = Desviación estándar.

$\sum$ = Suma.

X = Cada valor.

$\bar{x}$ = Media aritmética.

(Ortega C., 2023)

1.12 Coeficiente de variación

El coeficiente de variación, también denominado como coeficiente de variación de Pearson, es una medida estadística que nos informa acerca de la dispersión relativa de un conjunto de datos, es decir, nos informa al igual que otras medidas de dispersión, de si una variable se mueve mucho, poco, más o menos que otra.

La varianza de una muestra se calcula casi en la misma forma que la desviación media, con dos pequeñas diferencias: 1) las desviaciones se elevan al cuadrado antes de ser sumadas y, 2) se obtiene el promedio, utilizando $n - 1$ en lugar de n .

Se determina como el cociente entre s y $\bar{x}$, generalmente expresado en forma porcentual: $CV = 100 (s / \bar{x})$

El valor de la desviación estándar (s), indica el grado de dispersión que tiene un conjunto de datos, mientras que el coeficiente de variación (CV) se ajusta de manera que los valores estén en una escala sin unidades. Gracias a este ajuste, se puede utilizar el coeficiente de variación en lugar de la desviación estándar para comparar la variación de los datos que tienen unidades diferentes o medias muy diferentes. Es decir, si tenemos un conjunto de medidas, el error (ya sea absoluto o relativo), evalúa la exactitud, la desviación estándar evalúa la precisión y el coeficiente de variación evalúa ambas. (L. Química., 2020)

Para expresar el CV en porcentaje, basta con multiplicar el cociente obtenido por 100. Mientras menor sea el coeficiente de variación, el conjunto es más homogéneo (los datos son más parecidos entre sí).

Mientras mayor sea el coeficiente de variación, el conjunto es más heterogéneo (los datos se diferencian más entre sí)

Fórmula 2:

$$CV = \frac{sx}{\bar{X}} \cdot 100$$

Dónde:

CV = coeficiente de variación.

sx = desviación estándar de la muestra.

$\bar{x}$ = media aritmética de la muestra.

1.13 Regresión lineal en titulación con EDTA (versenato)

La regresión lineal en titulación con versenato es un método estadístico utilizado para determinar la concentración de un analito en una muestra mediante la medición del volumen de versenato necesario para llegar al punto de equivalencia en una titulación.

Se asume que la relación entre el volumen de versenato (V) y la concentración del analito (C) es lineal.

$$V = aC + b$$

- a: es la pendiente de la recta de regresión
- b: es el intercepto de la recta de regresión (Harris, Daniel C.,2010)

1.14 Prueba de F

La prueba de F, también conocida como prueba F de Snedecor o prueba F de Fisher, es una prueba estadística utilizada para comparar dos varianzas, se utiliza en regresión lineal para determinar si la variable independiente explica una cantidad significativa de la variabilidad en la variable dependiente.

Se puede usar la prueba de F para comparar la precisión del método de punto final directo con el método de punto final de retroceso.

Para realizar la prueba de F en titulación con versenato:

Se realizan dos titulaciones independientes, utilizando el mismo método de titulación.

Se calcula la varianza de los resultados de cada titulación.

Se calcula la estadística F como el cociente de las dos varianzas.

Se compara la estadística F con una distribución F con grados de libertad específicos. (Harris, Daniel C.,2010)

1.15 Valor critico de F

El valor crítico de F, también conocido como punto crítico de F, es un valor que se utiliza en la prueba de F para determinar si la diferencia entre dos varianzas es significativa, se determina a partir de una distribución F con grados de libertad específicos:

Grados de libertad para la varianza 1, este valor es igual al número de observaciones en la primera muestra menos 1.

Grados de libertad para la varianza 2, este valor es igual al número de observaciones en la segunda muestra menos 1. (Miller, J. C., & Miller, J. N.,2010).

1.16 Analito

Un analito es una sustancia o compuesto presente en una muestra que se desea identificar y cuantificar; puede ser un elemento, un compuesto, un ion o una molécula. (Harris, D. C., 2019)

Los analitos se pueden clasificar en dos tipos principales:

Analitos cualitativos

Se utilizan para identificar la presencia de una determinada sustancia o compuesto en una muestra.

Analitos cuantitativos

Se utilizan para determinar la concentración de una determinada sustancia o compuesto en una muestra.

Los analitos se pueden determinar mediante una amplia gama de métodos de análisis químico, incluyendo:

- Espectroscopia: Se utiliza para medir la interacción de la radiación electromagnética con una sustancia.
- Cromatografía: Se utiliza para separar los componentes de una mezcla.
- Volumétrica: Se utiliza para medir el volumen de una solución que reacciona con el analito.
- Titulación: Se utiliza para determinar la concentración de una sustancia mediante la adición de una solución de concentración conocida. (Harris, D. C., 2019)

Para este proyecto de investigación los analitos de interés a analizar en suelo es el elemento Calcio (Ca) y magnesio (Mg), por medio del método de titulación con EDTA, conocido a su vez como método de versenato.

1.17 Punto de Equivalencia

El punto de equivalencia, es un punto teórico que se alcanza cuando la cantidad de valorante añadido es químicamente equivalente a la cantidad de analito en la muestra, es un punto importante en una valoración química. Es el punto en el que se puede determinar la concentración del analito.

Ejemplos de valoraciones químicas que utilizan el punto de equivalencia incluyen:

- Valoración ácido-base: Se utiliza para determinar la concentración de un ácido o una base.
- Valoración redox: Se utiliza para determinar la concentración de un oxidante o un reductor.
- Valoración de precipitación: Se utiliza para determinar la concentración de un ión.

Se utiliza en una amplia gama de aplicaciones, incluyendo:

- Control de calidad: Para garantizar que los productos cumplen con los requisitos especificados.
- Medicina: Para diagnosticar enfermedades y controlar el tratamiento.
- Medio ambiente: Para evaluar la calidad del aire, el agua y el suelo. (Harris, D. C., 2019)

1.18 Errores en sistemas ambientales

Los errores en sistemas ambientales son una parte inevitable del proceso de recolección, análisis e interpretación de datos. Estos errores pueden tener un impacto significativo en la calidad de la información ambiental y, por lo tanto, en la toma de decisiones ambientales. (William W. Piegorsch and Bruce A. Bailer, 2001)

1.19 Clasificación de los errores:

1. Errores aleatorios:

- Son impredecibles y no se pueden corregir fácilmente.
- Variaciones naturales en el sistema ambiental
- Errores instrumentales aleatorios

2. Errores sistemáticos:

- Son predecibles y pueden corregirse mediante la aplicación de medidas adecuadas.
- Errores de medición
- Errores de muestreo
- Errores de modelado (William W. Piegorsch and Bruce A. Bailer, 2001)

1.20 Tipos de errores específicos

1. Errores de medición

- Calibración incorrecta de instrumentos
- Lectura incorrecta de datos
- Uso de métodos de medición inadecuados

2. Errores de muestreo:

- Muestra no representativa del sistema ambiental
- Muestra demasiado pequeña
- Almacenamiento inadecuado de la muestra

3. Errores humanos:

- Errores en el registro de datos
- Transcripción incorrecta de datos
- No seguir los protocolos de muestreo

4. Errores instrumentales:

- Fallas en los instrumentos de medición
- Interferencia de otros instrumentos
- Calibración incorrecta de instrumentos

5. Errores de modelado:

- Usar un modelo inadecuado para el sistema ambiental

- No tener en cuenta todos los factores relevantes
- Usar datos incorrectos para calibrar el modelo

6. Errores de interpretación:

- Malinterpretar los resultados de un estudio
- No tener en cuenta las limitaciones del estudio
- Sacar conclusiones incorrectas. (William W. Piegorsch and Bruce A. Bailer, 2001)

CAPÍTULO III

DESARROLLO

3.1 Método de análisis para la determinación de calcio y magnesio en el suelo.

Para la evaluación de este método con los contaminantes de interés, se inició con la preparación de soluciones de estos contaminantes Ca^{2+} y Mg^{2+} a concentraciones conocidas.

Para preparar las soluciones de Ca, se tomó como referencia, el artículo: *Concentraciones de Ca en suelos de diferentes tipos. G. D. Jong, 2006*, donde “indica que la concentración mínima presente en el suelo de este contaminante es de 0.030 mg/l y la concentración máxima es de 0.0121 mg/l”.

A partir de estas concentraciones se consideraron tres concentraciones intermedias y una penúltima más, las cuales se muestran a continuación: 0.030 mg/l, 0.045 mg/l, 0.060 mg/l, 0.090 mg/l, 0.10 mg/l, 0.121 mg/l.

Para preparar las soluciones de Mg, se tomó como referencia, el artículo: *Magnesium stress signaling in plant: Just beginning Wanli Guo, 2015.*, donde “indica que la concentración mínima presente en el suelo de este contaminante es de 0.011 mg/l y la concentración máxima es de 0.809 mg/l”.

A partir de estas concentraciones se consideraron tres concentraciones intermedias y una penúltima más, las cuales se muestran a continuación: 0.011 mg/l, 0.211 mg/l, 0.410 mg/l, 0.609 mg/l, 0.709 mg/l, 0.809 mg/l.

Para la preparación de las concentraciones para calcio y magnesio se utilizó la balanza analítica para pesar cada una de las cantidades a utilizar, teniendo la cantidad exacta, se disolvió en agua destilada y finalmente se aforó cada una a 1 L, vertiendo cada concentración en un envase de propileno. (ver anexo, Figura 1)

El método del Versenato, se basa en realizar la titulación de cada una de las soluciones con los contaminantes de interés con EDTA (ácido etilendiaminotetraacético), posteriormente, con las soluciones de las diferentes concentraciones, se procedió a realizar la titulación para cada uno de los contaminantes a prueba.

La exactitud y la precisión se evaluó empleando cada una de las concentraciones de analito conocidas y de acuerdo con los datos obtenidos por medio de la titulación con EDTA y del análisis estadístico. (*ver anexo de figuras, Figura 2*). De acuerdo a la Revista de Química Analítica (2023), “para que las pruebas por este método sean representativas; se recomienda diez titulaciones para validar un método y garantizar su reproducibilidad”.

Las siguientes organizaciones: International Organization for Standardization (ISO). (2017) y American Society for Testing and Materials (ASTM). (2017), “recomiendan un mínimo de cinco titulaciones, las cuales deben cubrir un rango de concentraciones del analito que sea representativo”, considerando los artículos anteriores, se realizaron diez titulaciones con las diferentes concentraciones para ambos contaminantes a evaluar, de esta manera tener los ml gastados de cada una de las titulaciones.

Se tuvo especial cuidado en el monitoreo del volumen de los reactivos para que fuera adecuado y preciso, para poder obtener los datos correctos, los resultados por replicados obtenidos de cada titulación permitieron observar el grado de concordancia que estos tienen entre sí.

La repetibilidad y reproducibilidad se empleó tomando una muestra de cada una de las concentraciones conocidas, se tituló diez veces para cada concentración de calcio y magnesio, de esta manera se determinó cuánta variación significativa se tuvo en cada titulación, la cual fue dada por el CV (Coeficiente de Variación), de

acuerdo con la variabilidad de los resultados de cada uno de los análisis, un CV bajo indica que los resultados son reproducibles.

Para evaluar estos dos parámetros fue importante tener también el control del pH de cada sustancia utilizada, así mismo, la cantidad exacta de cada concentración de analito. (*ver anexo de figuras, Figura 3*)

3.2 Titulación con EDTA

Para llevar a cabo la titulación con EDTA, fue necesario preparar las siguientes soluciones, de acuerdo al siguiente procedimiento:

Preparación de soluciones

- 1) Se preparó una **solución de acetato de sodio a 1 N con un pH 7.0**. Se pesó 82.037 g de acetato de sodio anhidro (CH_3COONa) en una balanza analítica y se disolvió en agua destilada, se aforó en un matraz aforado a 1 L, con ayuda de las tiras de pH se ajustó el pH a 7.0 con ácido acético.
- 2) Se preparó **solución Buffer con un pH de 10.0**. Se pesó 67.5 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) y se disolvió en un vaso de precipitado 200 ml de agua destilada. Posteriormente se agregó 570 ml de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH) y se aforó en un matraz aforado de 1 L con agua destilada. Se ajustó el pH a 10.0 con ácido clorhídrico (HCL) o hidróxido de amonio (NH_4OH) (se agregó aproximadamente 80 ml de ácido clorhídrico concentrado por litro)
- 3) Se preparó una **solución clorhidrato de hidroxilamina**. Se pesó 4.5 g de clorhidrato de hidroxilamina ($NH_2 OHHCL$), con ayuda de la balanza analítica, adicionalmente se agregó al alcohol metílico y se aforó en un matraz aforado de 100 ml.

- 4) Se preparó una **solución cianuro de potasio al 2%**. Se pesó en la balanza analítica 2g de cianuro de potasio (KCN), posteriormente se disolvió en un vaso de precipitado con agua destilada y se aforó a 100ml.
- 5) Se preparó la **solución Indicadora de negro de eriocromo T**. Se pesó en la balanza analítica 0.2 g de indicador, se disolvió en agua destilada en un vaso de precipitado y se agregó 25 ml de alcohol metílico que contienen 1 g de clorhidrato de hidroxilamina (NH_2OHHCL). Se Preparó una solución nueva cada 3 semanas.
- 6) Se preparó la **solución de EDTA (versenato) 0.02 N**. Se pesó en la balanza analítica 4 g de sal di sódica del ácido etilendiaminotetracético (PM= 372.254), previamente se secó en la estufa durante un periodo de 2 horas a 80°C, y 0.079 g de cloruro de magnesio hexahidratado ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$). Se disolvió en agua destilada y se aforó a 1L en un matraz aforado. Se guardó la solución en un recipiente de polietileno.
- 7) Se preparó **solución de cloruro de calcio 0.02 N**. Se pesó en la balanza analítica 2.2198 g de cloruro de calcio anhidro ($CaCl_2$) y se diluyó con agua destilada en un vaso de precipitado y se aforó a 1L en un matraz aforado.
- 8) Se preparó la **solución de hidróxido de sodio al 5%**. Con ayuda de la balanza analítica se pesó 5 g de hidróxido de sodio (NaOH), posteriormente se disolvió en agua destilada y en un matraz aforado se aforó a 1L.
- 9) Se preparó la **solución Murexida**. Se pesó en la balanza analítica 40 g de sulfato de potasio (KSO_4) o cloruro de sodio (NaCl) y 10 g de cloruro de

amonio (NH_4Cl), se trituró en un mortero y se mezcló con 0.6 g de murexida (purpurato de amonio $C_8H_8N_6H_2OH$). Posteriormente se conservó la mezcla en un frasco ámbar con tapa esmerilada.

10) Carbón activado (*Ver anexo de figuras, Figura 4*)

3.2.1 Determinación de Calcio

Para la determinación de Calcio, se siguió el procedimiento que indica el método:

1. Se tomaron 10 ml de la solución a evaluar (concentraciones 0.030 mg/l, 0.045 mg/l, 0.060 mg/l, 0.090 mg/l, 0.121 mg/l. de Calcio) y se colocaron en un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
2. A esa solución se agregaron 5 ml de solución de hidróxido de sodio al 5% usando una probeta de 10 ml.
3. Posteriormente se pesó en un vidrio de reloj 1 g de murexida y se agregó a la solución.
4. Se procedió a la titulación, usando como base el instrumental requerido que constó de un soporte universal para sostener la bureta con la solución titulante (EDTA) y se tituló hasta que se observó un vire de una tonalidad de rosa a lila. (*Ver anexo de figuras, Figura 5*)
5. Se registraron los mililitros gastados para cada una de las soluciones y se registraron en una hoja de cálculo en Excel.

3.2.2 Determinación de magnesio

Para la determinación de magnesio, se siguió el procedimiento que indica el método:

1. Se tomaron 10 ml de la solución a evaluar (concentraciones 0.011 mg/l, 0.211 mg/l, 0.410 mg/l, 0.609 mg/l, 0.809 mg/l de Mg) y se colocaron en un matraz Erlenmeyer de 250 ml
2. A esa solución se le agregaron 10 ml de solución buffer pH 10.0, usando una pipeta aforada de 10 ml.
3. Posteriormente, se agregaron 5 gotas de solución de cianuro de potasio al 2%, 5 gotas clorhidrato de hidroxilamina y finalmente 5 gotas de solución indicadora de negro de eriocromo T.
4. Se procedió a la titulación, usando como base el instrumental requerido que consto de un soporte universal para sostener la bureta con la solución titulante (EDTA) y se tituló hasta que se observó un vire de una tonalidad de púrpura a azul. *(Ver anexo de figuras, Figura 6)*
5. Se registraron los mililitros gastados para cada una de las soluciones y se registraron en una hoja de cálculo en Excel

3.3. Análisis de datos estadísticos

La estimación de la repetibilidad y reproducibilidad del método se realizará con el cálculo del coeficiente de variación y con los intervalos de confianza a cada nivel de concentración.

Para calcular el coeficiente de variación es necesario conocer la Media Aritmética.

Para calcular el coeficiente de variación se utilizó la siguiente fórmula:

$$CV = \frac{sx}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde:

CV = coeficiente de variación.

s_x = desviación estándar de la muestra.

$\bar{x}$ = media aritmética de la muestra.

El CV consiste en dividir la desviación estándar por la media aritmética y finalmente multiplicar por 100.

Media Aritmética

Se obtiene al sumar todos los datos arrojados en cada una de las titulaciones para Ca y Mg y dividir el resultado entre el número total.

Para obtener la media aritmética se utilizó la siguiente formula:

$$\bar{X} = \frac{\sum x}{n} \quad (2)$$

Donde:

$\sum x$ = sumatoria del conjunto de datos.

n = número de datos.

Desviación estándar:

Finalmente teniendo la varianza y la media aritmética se realizó el cálculo para la desviación estándar utilizando la siguiente formula:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (3)$$

Dónde:

S = Desviación estándar.

Σ = Suma.

X = Cada valor.

$\bar{X}$ = Media aritmética.

La desviación estándar es importante para saber qué tan dispersos están los datos obtenidos en cada una de las titulaciones, para poder obtenerla se siguieron los siguientes pasos:

1. Se calculó la varianza de cada punto de datos restando la medida de la media del valor del punto de datos y se eleva al cuadrado la varianza de cada punto de datos obtenidos en la varianza.
2. Se suma los valores obtenidos de la varianza al cuadrado y se divide la suma de los valores de la varianza al cuadrado entre el número de puntos de datos del conjunto de datos menos 1.
3. Se saca la raíz cuadrada del cociente. (Ortega C., 2023)

Corrida de datos estadísticos en Excel

Para cada una de las pruebas realizadas con Ca y Mg, se realizó la corrida en el programa Excel para obtener el análisis de datos estadísticos, en el cual se muestran variables que permiten identificar si existe una correlación entre los

valores de “X” (concentración del contaminante) y “Y” (mililitros gastados del titulante).

Prueba de F

Se determinó calculando la varianza de cada conjunto de concentraciones conocidas de analito y finalmente se calculó la estadística F como el cociente de las dos varianzas.

Gráfico de los datos

Los datos se graficaron utilizando una hoja de cálculo.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 Resultados

4.1.2 Validación del Método

Se realizó la validación del método para justificar que el método brinda confianza en los resultados del estudio para disminuir fallas y tener mayor seguridad del empleo y manejo del mismo.

Para realizar la validación del método se consideró los siguientes criterios de validación:

4.1.3 Evaluación estadística de la pendiente de la curva de **calcio**

Para la evaluación estadística de la pendiente de la curva de calcio se obtuvo mediante la ecuación de la recta $y = -238.38x^2 + 27.212x - 0.1191$ y el valor del coeficiente de relación (R^2) = 0.9979 mostrados en la Figura 1.

En este caso, el valor negativo de la pendiente “Y” indicaría que la concentración del analito disminuye a medida que se gasta más titulante; sin embargo al observar el comportamiento de la curva de titulación se muestran tres fases en donde, se ve una pendiente positiva de una concentración de 0.03 mg/l hasta 0.045 mg/l, donde se observa que cuando aumenta la concentración del analito también aumenta el gasto de EDTA, hasta llegar al punto de equivalencia o estabilidad y posteriormente se muestra una pendiente negativa.

La explicación de cada una de estas fases se describe más adelante.

En cuanto al valor de R^2 en este caso es cercano a 1, lo que conlleva una relación muy fuerte entre las variables “Y” y “X”, por lo que la ecuación se puede utilizar para determinar la concentración de Calcio con un alto grado de precisión.

4.1.4 Precisión y exactitud

En cuanto a la precisión se expresa de acuerdo a la desviación estándar del volumen del titulante, los datos obtenidos de la desviación estándar de las siete concentraciones de calcio (0.030 mg/l, 0.045 mg/l, 0.060 mg/l, 0.090 mg/l, 0.10 mg/l, 0.121 mg/l), son bajos, son inferiores al 10%, lo que denota que los resultados obtenidos en la Tabla 1. son precisos y están cerca del valor real.

De acuerdo al dato del libro *"Statistical Methods for Research Workers"* de R.A. Fisher, 1925, el cual menciona que un CV debe oscilar entre 10% y 25% para que los resultados sean muy reproducibles o aceptables, por lo tanto, los datos obtenidos en la Tabla 1, de acuerdo a la desviación estándar y el coeficiente de variación de la concentración de Calcio es relativamente baja, fue inferior al 10%, lo que indica que los datos obtenidos son precisos y por lo tanto son reproducibles.

De acuerdo a la repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad; fue determinada la titulación diez veces para su correcto análisis, en la repetibilidad la determinación se realizó por un único operador y en el mismo laboratorio.

La tabla 1 muestra los mililitros gastados de EDTA, en las 10 titulaciones por cada concentración de Calcio, las concentraciones preparadas fueron: 0.030 mg/l, 0.045 mg/l, 0.060 mg/l, 0.090 mg/l, 0.10 mg/l, 0.12 mg/l.

Tabla 1. Concentraciones, volúmenes y medidas de dispersión de calcio para la preparación de la gráfica de calibración.

CONCENTRACIÓN Ca (mg/l) / Titulaciones elaboradas	ml GASTADOS de EDTA	MEDIA ($\bar{x}$)	DESVIACIÓN ESTANDAR (S)	COEFICIENTE DE VARIACIÓN (CV)
--	------------------------	------------------------	-------------------------------	-------------------------------------

0.03	0.6			
0.03	0.6			
0.03	0.4			
0.03	0.5			
0.03	0.5			
0.03	0.6	0.48	0.123	0.256
0.03	0.3			
0.03	0.6			
0.03	0.4			
0.03	0.3			
0.045	0.4			
0.045	0.6			
0.045	0.6			
0.045	0.8			
0.045	1	0.63	0.397	0.631
0.045	0.1			
0.045	1.5			
0.045	0.6			
0.045	0.3			
0.045	0.4			
0.06	0.8			
0.06	0.6			
0.06	0.7			
0.06	0.6			
0.06	0.8			
0.06	0.9	0.65	0.165	0.254
0.06	0.4			
0.06	0.6			

0.06	0.4			
0.06	0.7			
0.09	0.3			
0.09	0.4			
0.09	0.3			
0.09	0.5			
0.09	0.4			
0.09	0.3	0.4	0.094	0.236
0.09	0.5			
0.09	0.3			
0.09	0.5			
0.09	0.5			
0.1	0.2			
0.1	0.3			
0.1	0.2			
0.1	0.3			
0.1	0.5	0.3	0.094	0.314
0.1	0.3			
0.1	0.2			
0.1	0.3			
0.1	0.4			
0.1	0.3			
0.12				
0.12				
0.12				
0.12				
0.12	No viró			
0.12				

0.12				
0.12				
0.12				
0.12				

Los resultados de la tabla indican que el análisis de titulación fue preciso y reproducible, la concentración de calcio en la muestra varía entre 0.03 ml/l y 0.1 mg/l, con una concentración media de 0.7 ml/l. El volumen de titulante gastado para alcanzar el punto de equivalencia varía entre 0.6 ml. y 1.5 ml.

En la titulación realizada con la última concentración de prueba (0.12 ml/l), no se alcanzó a percibir un viré; lo que indica que a partir de esta concentración el contaminante ya no es detectable por este método y se requiere de un método más específico como lo es la espectrofotometría de gases.

Figura 1. muestra la gráfica de la curva parabólica de los ml gastados de EDTA en relación a las concentraciones de Calcio.

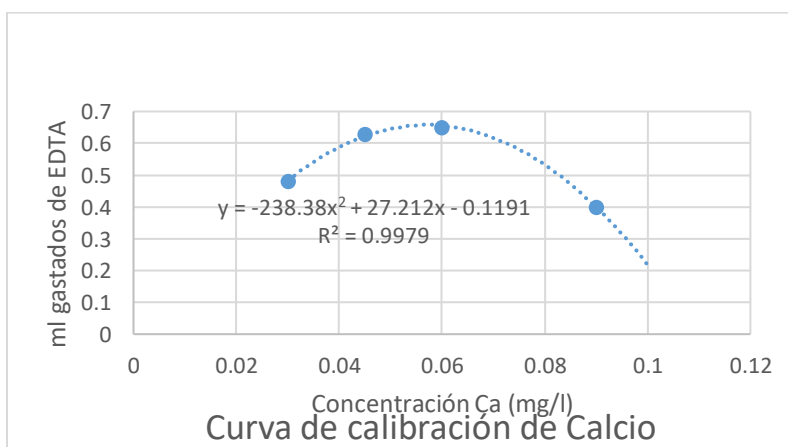


Figura. 1 Curva de calibración de calcio.

La Figura 1, representa una curva parabólica y se muestra que la pendiente de la curva es negativa, lo que indica que la curva se inclina hacia abajo de izquierda a derecha, en este caso la variable “X” representa la concentración del analito en la muestra y la variable “Y” representa el volumen de titulante gastado.

En la siguiente Figura se observa la gráfica con las tres fases en la curva de calibración la fase positiva, fase de estabilidad y fase de decaimiento.

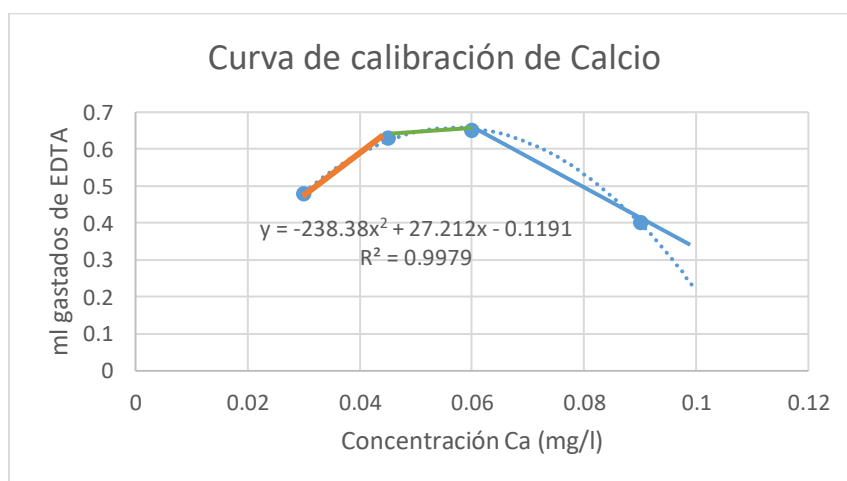


Figura. 2 Fases de la curva de calibración de calcio.

En la Figura 2, la fase positiva marcada en color naranja, es la fase inicial de la curva de calibración, donde se nota que los mililitros gastados de EDTA aumentan rápidamente con la concentración del analito (la concentración de Calcio); que está presente en concentraciones relativamente bajas y, por lo tanto, las interacciones entre las moléculas del analito son fuertes, formando complejos que son detectados con la reacción que se hace evidente por el cambio de color del indicador al virar de rosa a lila, pues como indica Cheng y Bray (1951), el versenato solo reacciona con el calcio formado estos complejos que pueden ser detectables. Por lo tanto, en esta primera fase los mililitros del EDTA son proporcionales a la concentración del

analito, esta constante de calibración se puede utilizar para determinar la concentración de un analito en una muestra desconocida. Se puede decir entonces que las concentraciones más confiables para la determinación de calcio en suelo van de una concentración de 0.03 mg/l a 0.045 mg/l.

En la fase de estabilidad o la fase central de la curva de calibración, marcada en color verde, los mililitros gastados de EDTA para las concentraciones del analito van de 0.045 mg/l a 0.06 mg/l; los mililitros gastados del EDTA son similares, mostrándose esto en la curva de titulación, lo cual indica una posibilidad de que aún con el método las concentraciones para este contaminante pudieran ser detectadas, pero con un menor grado de exactitud.

Finalmente se observa la fase de decaimiento o fase final de la curva de calibración, marcada en color azul; los mililitros gastados de EDTA para las concentraciones del analito van de 0.06 mg/l a 0.1 mg/l; por lo que disminuyen al aumentar la concentración del analito, por lo tanto, las interacciones entre las moléculas del analito se vuelven más complejas y la pendiente de la curva de calibración se aprecia poco pronunciada; lo que indica que el contaminante presente en el analito ya no se combina con el EDTA y no está formando ningún complejo que pueda ser detectado por lo que la respuesta al agregar el indicador no muestra ningún vire; por lo que el método de análisis no es preciso en concentraciones mayores a 0.121 mg/L de calcio.

Como se mencionó en metodología para los datos obtenidos en cada una de las pruebas y con las gráficas obtenidas anteriormente; se realizó la selección de los datos que caen en la fase inicial de cada una de las curvas de calibración, para identificar si existe una regresión lineal en ellos.

En la Tabla 2, se muestran las concentraciones de calcio seleccionadas en la fase inicial mostradas en la gráfica de calibración 2, cuyas concentraciones fueron de 0.03 mg/l a 0.06 mg/l; que es donde se aprecia una tendencia lineal.

Tabla 2. Concentraciones y volúmenes de calcio para la determinación de regresión lineal

CONCENTRACIÓN Ca (mg/l) / Titulaciones elaboradas	ml GASTADOS de EDTA
0.03	0.6
0.03	0.6
0.03	0.4
0.03	0.5
0.03	0.5
0.03	0.6
0.03	0.3
0.03	0.6
0.03	0.4
0.03	0.3
0.045	0.4
0.045	0.6
0.045	0.6
0.045	0.8
0.045	0.6
0.045	0.4
0.06	0.8
0.06	0.6
0.06	0.7
0.06	0.6
0.06	0.8
0.06	0.9
0.06	0.6
0.06	0.7

Para comprobar la correlación entre estos datos, se realizó un gráfico de dispersión, que permitió observar la dispersión entre los valores obtenidos para cada concentración. (Ver Figura 3)

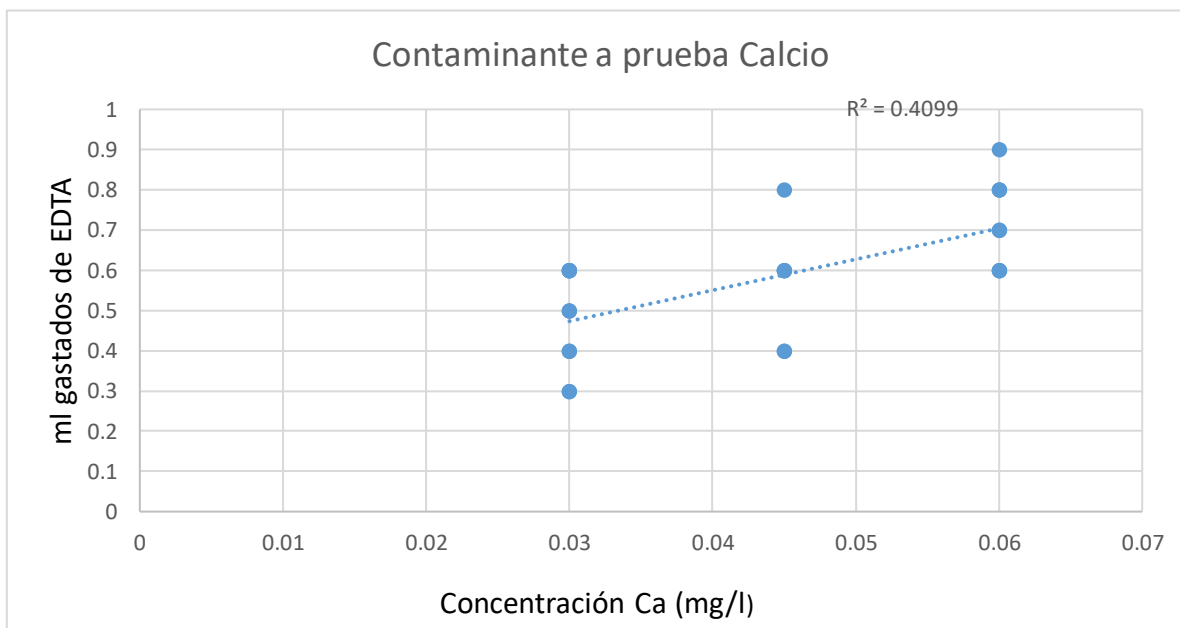


Figura. 3 Gráfico de dispersión para calcio.

La gráfica muestra que existe una gran dispersión entre los datos, ya que se observan bastante separados; sin embargo, al realizar la corrida para obtener el análisis estadístico donde se muestra la prueba de F, se observa que el valor obtenido de esta variable es de 15.28; a pesar de no ser un valor tan grande, tampoco es cercano a 1; lo que indica que si existe regresión lineal.

En la tabla 3, se muestra los resultados obtenidos de la estadística de regresión lineal para calcio.

Tabla 3. Estadísticas de la regresión para calcio

Estadísticas de la regresión para calcio	
Coeficiente de correlación múltiple	0.640238077
Coeficiente de determinación R²	0.409904795
R ² ajustado	0.383082286
Error típico	0.124683116
Observaciones	24

En la tabla anterior se muestra que el valor de R² es de 0.409; lo que indica que no existe una correlación significativa entre los datos, pues el valor no es cercano a 1.

Lo que coincide con lo encontrado anteriormente donde a pesar de existir una regresión lineal la correlación entre datos es muy dispersa.

En la Tabla 4, se muestra el Análisis de varianza para calcio, la prueba de F y el valor crítico de F.

Tabla 4. Análisis de la varianza de Calcio

	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico de F
Regresión	1	0.237573988	0.237573988	15.2821196	0.000752355
Residuos	22	0.342009346	0.237573988		
Total	23	0.579583333			

En la tabla anterior se aprecia que el valor de F, es de 15.28 lo que indica que no existe significancia entre los valores, la correlación que presentan los datos es baja;

lo que se aprecia también con el valor crítico de F o bien conocido como α , que es de 0.00075.

Esto significa que, a pesar de la variabilidad entre los datos, sí existe una regresión lineal entre ellos, pero la relación entre la variable independiente “concentraciones de Ca” y la variable dependiente “ml gastados de EDTA”, tienen muy baja correlación.

La baja correlación de los datos obtenidos para calcio, es debido a que existe un error de tipo 2; conocido como error sistemático, se considera parte inevitable del proceso de recolección, del análisis y de la interpretación de los datos; ya que depende de la calidad de los reactivos y es un método basado en la interpretación de los datos del investigador, al percibir el color del vire en la titulación con EDTA o método del versenato.

4.1.6 Evaluación estadística de la pendiente de la curva de **magnesio**

Para la evaluación estadística de la pendiente de la curva de magnesio se obtuvo mediante la ecuación $y = -68.875x^2 + 51.217x + 0.7241$ y el valor del coeficiente de relación (R^2) = 0.8426 mostrados en la Figura 4.

En este caso, el valor negativo de la pendiente “Y” indicaría que la concentración del analito disminuye a medida que se gasta más titulante; sin embargo al observar el comportamiento de la curva de titulación se muestran tres fases en donde, se ve una pendiente positiva de una concentración de 0.0119 mg/l hasta 0.211 mg/l, se observa que cuando aumenta la concentración del analito también aumenta el gasto de EDTA, hasta llegar al punto de equivalencia o estabilidad y posteriormente se muestra una pendiente negativa.

La explicación de cada una de estas fases se describe más adelante.

En cuanto al valor de relación R^2 en este caso, es cercano a 1, lo que indica una relación muy fuerte entre las variables “Y” y “X”.

Por lo tanto, la ecuación se puede utilizar para determinar la concentración de magnesio con un alto grado de precisión.

4.1.7 Precisión y exactitud

En cuanto a la precisión se expresa de acuerdo con la desviación estándar del volumen del titulante, los datos obtenidos de la desviación estándar de las siete concentraciones de magnesio (0.011 mg/l, 0.211 mg/l, 0.410 mg/l, 0.609 mg/l, 0.709 mg/l, 0.809 mg/l), son bajos, son inferiores al 10%; lo que indica que los resultados obtenidos en la Tabla 5, son precisos y están cerca del valor real.

Se realizó la respectiva determinación del coeficiente de variación, considerando los datos obtenidos en la Tabla 5, la desviación estándar y el coeficiente de variación de la concentración de magnesio es relativamente bajo, fue inferior al 10%, lo que indica que los datos son precisos y reproducibles.

Se determinó repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad; para su correcto análisis fue determinada la titulación diez veces, en la repetibilidad la determinación se realizó por un único operador y en el mismo laboratorio.

La tabla 5 muestra los mililitros gastados en las diez titulaciones por cada concentración de magnesio. Las concentraciones preparadas fueron: 0.011 mg/l, 0.211 mg/l, 0.410 mg/l, 0.609 mg/l, 0.709 mg/l, 0.809 mg/l.

Tabla 5 Concentraciones, volúmenes y medidas de dispersión de magnesio para la preparación de la gráfica de calibración.

CONCENTRACIÓN Mg (mg/l) /Titulaciones elaboradas	ml GASTADOS DE EDTA	MEDIA ($\bar{x}$)	DESVIACIÓN ESTANDAR (S)	COEFICIENTE DE VARIACIÓN (CV)
0.0119	0.8			
0.0119	0.8			
0.0119	0.3			
0.0119	0.4			
0.0119	0.5			
0.0119	0.5	0.6	0.254	0.423
0.0119	0.5			
0.0119	0.3			
0.0119	1			
0.0119	0.9			
0.06	4			
0.06	4.4			
0.06	4			
0.06	4.2			
0.06	4			
0.06	4.2	4.16	0.190	0.046
0.06	4.5			
0.06	4			
0.06	4.3			
0.06	4			
0.1	6			

0.1	6.1			
0.1	6.4			
0.1	6.6			
0.1	7			
0.1	6.2	6.473	0.323	0.050
0.1	6.5			
0.1	6.2			
0.1	6.8			
0.1	6.6			
0.1	6.8			
0.211	7			
0.211	7			
0.211	8.8			
0.211	8			
0.211	9			
0.211	4. 7	7.02	1.361	0.194
0.211	6.2			
0.211	5			
0.211	5.7			
0.211	6.5			
0.41	9.8			
0.41	9			
0.41	9.5			
0.41	9.2			
0.41	10	9.5	0.323	0.034
0.41	9.6			
0.41	9.5			
0.41	9.5			

0.41	9.1			
0.41	9.8			
0.609	8			
0.609	7.8			
0.609	8			
0.609	10.4			
0.609	9.6			
0.609	8.8	8.55	0.85	0.099
0.609	8.7			
0.609	8			
0.609	8.2			
0.609	8			
0.709	1			
0.709	1.1			
0.709	1.2			
0.709	1.2			
0.709	1.1			
0.709	1	1.12	0.08	0.070
0.709	1.1			
0.709	1.2			
0.709	1.2			
0.709	1.1			

Los resultados de la tabla indican que el análisis de titulación fue preciso y reproducible, en cuanto a la concentración de magnesio en la muestra varía entre 0.0119 mg/ml y 0.709 mg/ml, con una concentración de magnesio media de 0.41 mg/ml y el volumen de titulante gastado para alcanzar el punto de equivalencia varía entre 0.3 ml. y 10 ml.

La Figura 4 muestra la curva parabólica de los ml gastados de EDTA en relación a las concentraciones de Magnesio.

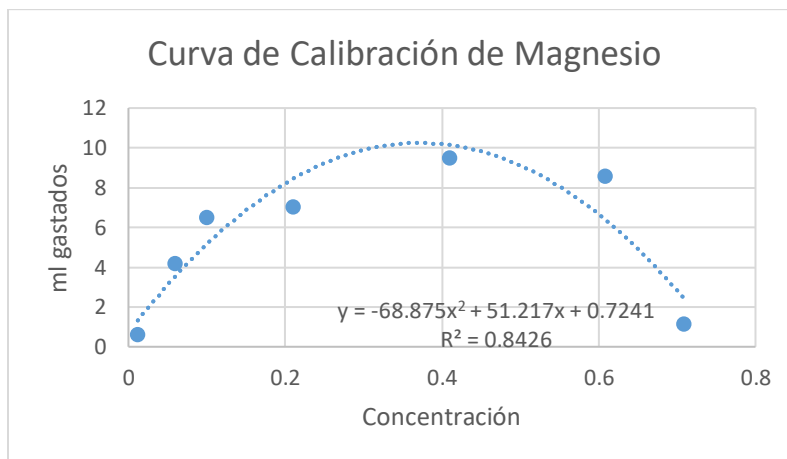


Figura. 4 Curva de calibración de magnesio.

La gráfica representa una curva parabólica y se muestra que la pendiente de la curva es negativa, lo que indica que la curva se inclina hacia abajo de izquierda a derecha por consiguiente la variable “x” representa la concentración del analito en la muestra y la variable “y” representa el volumen de titulante gastado.

En la siguiente Figura se observan tres fases en la curva de calibración: fase positiva, fase de estabilidad y fase de decaimiento.

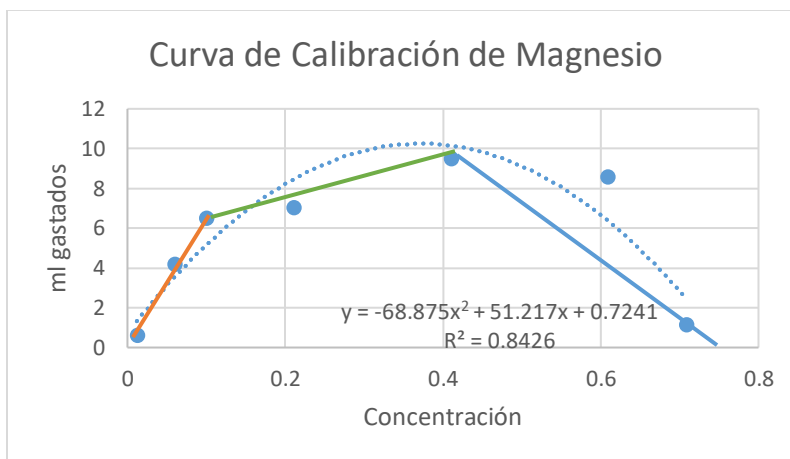


Figura. 5 Fases de la curva de calibración de magnesio.

En la Figura 5, se observa la gráfica de la curva de magnesio, donde la fase positiva marcada en color naranja, es la fase inicial de la curva de calibración, donde se nota que los mililitros gastados de EDTA aumentan rápidamente con la concentración del analito (la concentración de Magnesio); que está presente en concentraciones relativamente bajas y, por lo tanto, las interacciones entre las moléculas del analito son fuertes, formando complejos que son detectados con la reacción que se hace evidente por el vire de una tonalidad de purpura a azul. En esta primera fase los mililitros del EDTA son proporcionales a la concentración del analito, esta constante de calibración se puede utilizar para determinar la concentración de un analito en una muestra desconocida. Se puede decir entonces que las concentraciones más confiables para la determinación de calcio en suelo van de una concentración de 0.0119 mg/l a 0.1 mg/l.

En la fase de estabilidad o la fase central de la curva de calibración, marcada en color verde, los mililitros gastados de EDTA para las concentraciones del analito van de 0.1 mg/l a 0.41 mg/l; esto nos indica una posibilidad de que aún con el método las concentraciones para este contaminante pudieran ser detectadas, pero con un menor grado de exactitud.

Finalmente se observa la fase de decaimiento o fase final de la curva de calibración, marcada en color azul; los mililitros gastados de EDTA para las concentraciones del analito van de 0.41 mg/l a 0.709 mg/l; por lo que disminuyen al aumentar la concentración del analito, por lo tanto, las interacciones entre las moléculas del analito se vuelven más complejas y la pendiente de la curva de calibración se aprecia poco pronunciada; lo que indica que el contaminante presente en el analito ya no se combina con el EDTA y no está formando ningún complejo que pueda ser detectado por lo que la respuesta al agregar el indicador no muestra ningún vire; por lo que el método de análisis no es preciso en concentraciones mayores a 0.809 mg/L de magnesio.

En la Tabla 6, se muestran las concentraciones de magnesio seleccionadas en la fase inicial mostradas en la gráfica de calibración 2, cuyas concentraciones fueron de 0.00119 mg/l, 0.06 mg/l, 0.1 mg/l y 0.211 mg/l; que es donde se aprecia una tendencia lineal.

Tabla 6 Concentraciones y volúmenes de Magnesio para la determinación de regresión lineal

CONCENTRACIÓN Mg (mg/l) / Titulaciones elaboradas	ml GASTADOS de EDTA
0.0119	0.8
0.0119	0.8
0.0119	0.3
0.0119	0.4
0.0119	0.5
0.0119	0.5

0.0119	0.5
0.0119	0.3
0.0119	1
0.0119	0.9
0.06	4
0.06	4.4
0.06	4
0.06	4.2
0.06	4
0.06	4.2
0.06	4.5
0.06	4
0.06	4.3
0.06	4
0.1	6
0.1	6.1
0.1	6.4
0.1	6.6
0.1	7
0.1	6.2
0.1	6.5
0.1	6.2
0.1	6.8
0.1	6.6

0.1	6.8
0.211	7
0.211	7
0.211	8.8
0.211	8
0.211	9

Para comprobar la correlación entre estos datos, se realizó un gráfico de dispersión que permitió observar la dispersión entre los valores obtenidos para cada concentración. (Ver Figura 6)

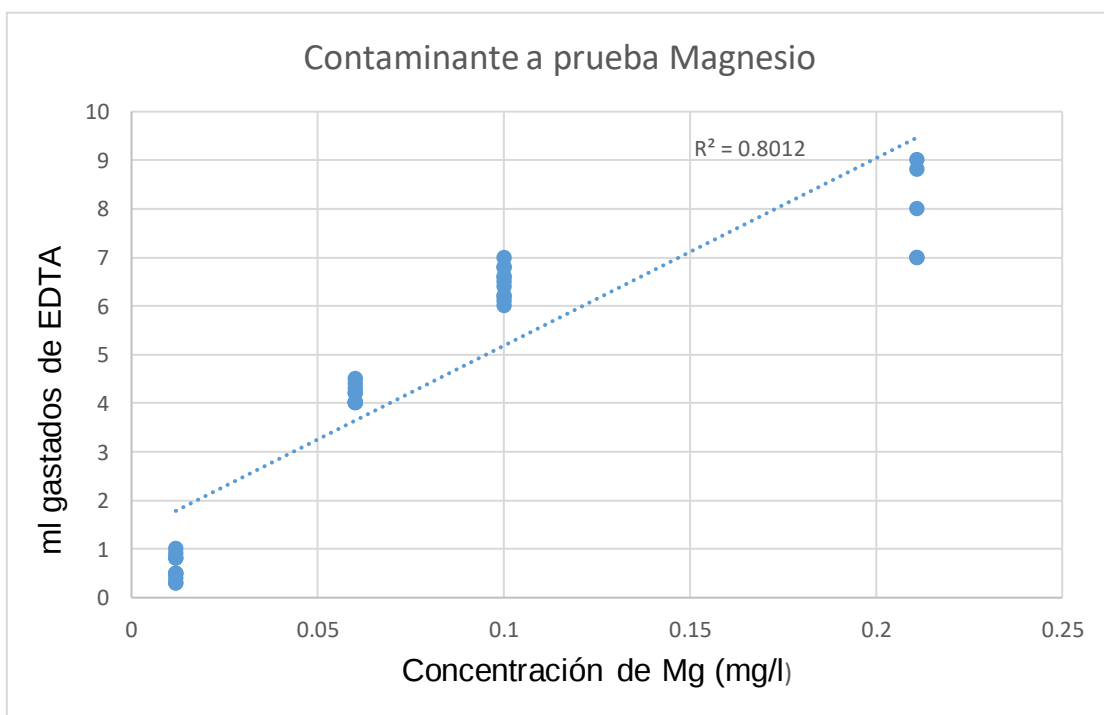


Figura. 6 Gráfico de Dispersión de magnesio

A simple vista en la gráfica se observa que los datos se encuentran muy juntos uno de otro, lo que significa que no existe dispersión entre ellos; al realizar la corrida para obtener el análisis estadístico donde se muestra la prueba de F, se observa que el valor obtenido de esta variable es de 136.990; un valor bastante grande, lo que indica que existe regresión lineal entre los datos. Por otro lado, el valor crítico de F o bien conocido como α , es de 1.78978777512795E-13, el cual es muy pequeño y por debajo de 1, lo que indica que efectivamente existe una regresión lineal entre los datos y correlación entre ellos.

En la tabla 7, se muestra los resultados obtenidos de la estadística de regresión lineal para Magnesio.

Tabla 7 Estadísticas de regresión para magnesio

Estadísticas de la regresión para magnesio	
Coeficiente de correlación múltiple	0.895074866
Coeficiente de determinación R²	0.801159016
R ² ajustado	0.795310752
Error típico	1.235897712
Observaciones	36

Como se aprecia en la tabla el valor de R² es de 0.801; un valor muy cercano a 1; lo que indica que existe una correlación significativa entre los datos.

Lo que coincide con lo encontrado anteriormente donde se comprobó que efectivamente los datos presentan una regresión lineal y una correlación entre ellos.

En la tabla 8, se muestra el Análisis de varianza para Magnesio, la prueba de F y el valor crítico de F.

Tabla 8 Análisis de la varianza para magnesio

	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico de F
Regresión	1	209.2458217	209.2458217	136.9909061	1.78979E-13
Residuos	34	51.93306722	1.527443154		
Total	35	261.1788889			

En la tabla anterior se aprecia que el valor de F es de 136.990, un valor bastante grande, lo que indica que hay una significancia bastante considerable entre los valores; lo que se aprecia también con el valor crítico de F o bien conocido como α , que es de 1.78979E-13, un valor muy pequeño que indica que efectivamente existe una regresión lineal y una correlación entre los datos.

Esto significa que, sí existe una regresión lineal entre los datos y la relación entre la variable independiente “concentraciones de Mg” y la variable dependiente “ml gastados de EDTA”, tienen una alta correlación.

Los resultados obtenidos muestran que no existe ningún tipo de error sistemático, ya que se comprobó que existe una alta correlación entre los datos para magnesio, obteniendo una mayor precisión y confiabilidad en el método de titulación con EDTA o método de versenato.

CONCLUSIONES

Se comprobó a nivel laboratorio dentro de las instalaciones de Tecnológico de Estudios Superiores de Coacalco, que el método de titulación con EDTA, conocido también como método del versenato; es un método confiable, preciso y reproducible para determinar la concentración de calcio y magnesio en un suelo contaminado, de acuerdo a los resultados obtenidos del coeficiente de variación para las concentraciones de calcio y magnesio fue inferior al 10%, lo que indica que el método es reproducible y el coeficiente de variación fue inferior al 10%, lo que señala que el método es preciso.

Sin embargo, el método sólo alcanzó a percibir un vire únicamente con concentraciones por debajo de 0.121 mg/l para calcio y 0.809 mg/l. para magnesio, por lo tanto, la elección del método para la determinación de calcio y magnesio en un suelo contaminado, depende de la concentración en la muestra, si la concentración de magnesio y calcio es alta para ser perceptible, es decir, supera dichas concentraciones, se deben utilizar métodos alternativos como la espectrofotometría o la cromatografía, estos métodos pueden cuantificar más bajo que la titulación con EDTA, lo que los hace adecuados para el análisis de suelos contaminados con concentraciones de calcio y magnesio elevadas.

De acuerdo al análisis de la pendiente de la curva de calibración de calcio; la fase positiva está representada por una pendiente pronunciada donde se encuentra la fase inicial de la curva de calibración, la cual se extiende desde 0.03 mg/l hasta 0.045 mg/l por lo que las interacciones entre las moléculas del analito son fuertes, formando complejos que son detectados con la reacción y se alcanza a percibir un vire de rosa a lila, en la fase de estabilidad la pendiente es constante y se extiende desde 0.045 mg/l hasta 0.06 mg/l, indicando una posibilidad de que con el método las concentraciones para este contaminante en suelo pudieran ser detectadas, aunque con un menor grado de exactitud.

Por último en la fase de decaimiento, la pendiente es decreciente y se extiende de 0.06 hasta 0.1 mg/l, por lo tanto es relativamente larga, lo que indica que el contaminante presente en el analito ya no se combina con el EDTA y no está formando ningún complejo que pueda ser detectado, en cuanto a la gráfica de calibración de magnesio; la fase positiva está representada por una pendiente pronunciada donde se encuentra la fase inicial de la curva de calibración que se extiende desde 0.0119 mg/l hasta 0.1 mg/l, por lo que las interacciones entre las moléculas del analito son fuertes, formando complejos que son detectados con la reacción y se alcanza a percibir un vire de púrpura a azul, en cuanto a la fase de estabilidad que es una pendiente constante, se extiende desde 0.1 mg/l hasta 0.41 mg/l, indicando una posibilidad de que con el método las concentraciones para este contaminante en suelo pudieran ser detectadas, aunque de igual manera con un menor grado de exactitud y por último en la fase de decaimiento la pendiente es decreciente y se extiende desde 0.41 mg/l hasta 0.709 mg/l, por lo tanto, es relativamente larga, lo que indica que el contaminante presente en el analito ya no se combina con el EDTA y no está formando ningún complejo, por lo que tampoco pudiera ser detectado.

Es importante tomar en cuenta la primera fase positiva de la curva para ambos contaminantes, ya que es donde se encuentra una mayor confiabilidad del método, en cuanto a los datos estadísticos obtenidos de la prueba F y del valor crítico de F, el método sí cuantifica, pero tiene una gran variación entre los datos; esto se debe a diversos factores como la calidad de los reactivos y que el titulante puede no reaccionar en cada una de las muestras a las diferentes concentraciones y a su vez a posibles errores que pueden darse al realizar una determinación cuando se realiza un análisis en sistemas ambientales; la gran variación entre los datos pudo deberse a un error de tipo 2; el cual tiene que ver con la calidad de los reactivos y que se trata de un método visual donde el vire depende del usuario que puede verse afectado, por lo que se considera que es un método más cualitativo que cuantitativo, pues permite determinar si el contaminante está en alta, media o baja concentración

pero el viraje en el cambio de coloración está basado en la interpretación de los datos del investigador.

Es importante mencionar el punto de equivalencia de la curva de calibración para las concentraciones de Ca^{2+} y Mg^{2+} , por la formación de complejos, el cual es reversible, lo que significa que las especies que forman el complejo pueden volver a separarse, esto es importante en las titulaciones porque permiten que el analito reaccione con el titulante para formar un complejo; puede tener propiedades diferentes al analito o al titulante, lo que puede utilizarse para detectar el punto final de la titulación.

Como propuesta se puede trabajar con el punto de equivalencia para la formación de complejos, y de esta manera continuar garantizando la precisión del análisis de confiabilidad del método analítico para la determinación de calcio y magnesio en suelo contaminado o bien pudiera ser un punto de otra investigación en donde se pueda comprobar que al formarse precipitados pueda tratarse de un tipo de técnica de remediación fisicoquímica para retirar metales pesados en suelo.

COMPETENCIAS DESARROLLADAS

Se desarrollaron las siguientes competencias apegadas al perfil de egreso del Tecnológico de Estudios Superiores de Coacalco en la formación de ingenieros ambientales:

AE1. Identificar, resolver y formular problemas de Ingeniería Ambiental aplicando conocimientos de ciencias básicas y ciencias de la ingeniería.

Esta competencia comprende el uso y aplicación de la estadística para obtener la varianza, desviación estándar y la media de cada una de nuestras titulaciones con EDTA

AE3. Desarrollar y dirigir experimentación pertinente; analizar e interpretar los datos obtenidos y utilizar el juicio ingenieril para establecer planes de acción y realizar diseño de procesos o equipos.

Se desarrolló la competencia realizando los pertinentes análisis de Calcio y Magnesio a diferentes niveles de concentraciones que soporta el suelo.

AE7. Trabajar de forma eficaz y eficiente en equipos que establecen metas, planean tareas, cumplen fechas límite y analizan riesgos e incertidumbre.

Se cumplió la competencia entregando en tiempo y forma los avances del proyecto, asistiendo a laboratorio los días asignados y cumpliendo el cronograma de actividades formulado al inicio del proyecto.

FUENTES DE INFORMACIÓN

1. American Psychological Association. (2020). Publication manual of the American Psychological Association (7th ed.). Washington, DC: American Psychological Association.
2. Camark, I. and A.M. Yazici. Magnesium: Forgotten elements in Crop Production (2010).
3. Dr. Jensen B. Quiropráctica y Nutrición J .LI. Berdonces, E.E.U.U, (1982).
4. Espejo, M., Química analítica. Universidad de Sevilla, (2016).
5. EURACHEM, Guía de laboratorio para validación de métodos, España, (2005).
6. "Environmental Data Analysis: Statistical Methods and Applications" por William W. Piegorisch and Bruce A. Bailer, 2001.
7. Fertilidad de Suelos S. de R.L. Cd. Industrial, Celaya, Guanajuato, (2010)
8. Fertilidad de Suelos S. de R.L. Cd. Industrial, Celaya, Guanajuato, (2010)
9. García-Rodríguez, F. (2023). Interpretación de curvas de titulación para la determinación de contaminantes. En M. A. García-Alonso (Ed.), Técnicas analíticas para la detección de contaminantes (pp. 33-52). Madrid: Editorial Síntesis.
10. Harris, D. C. (2019). Análisis químico cuantitativo. Madrid: Reverté.
11. Harris, Daniel C. (2010). Análisis químico cuantitativo (8ª ed.). México: Cengage Learning.
12. Howard R., Luis J., Revista de divulgación. Validación de métodos analíticos en laboratorio. UJAT, (2013).
13. Madrid J. UCAMSALUD, (2017).
14. Miller, J. C., & Miller, J. N. (2010). Statistics and chemometrics for analytical chemistry (5th ed.). New York: Pearson Education.

15. National Institute of Health U.S, (2020).
16. Preza, J., Facultad de Química, UNAM. (2019)
17. Química Analítica I, FBCB. Titulación volumétrica por formación de complejos. UNL Universidad Nacional de Litoral, (2019).
18. Rodríguez J. Revista Pensamiento Actual, Universidad de Costa Rica, (2009).
19. Schlumberger Limited.
20. Rodríguez H. Propiedades del magnesio. National Geographic, Portugal, (2022).
21. Sernapesca. Ministerio de economía, fomento y turismo, (2018).
22. Zamora, E. Agricultura y ganadería. Hermosillo, México. (2016)

ANEXOS

ANEXO DE FIGURAS



Figura. 1 Preparación de concentraciones.

Se prepararon 6 concentraciones para calcio y 6 concentraciones para magnesio, se utilizó la balanza analítica para pesar cada una de las cantidades a utilizar, disolvió en agua destilada y se aforó cada una a 1 L, vertiendo cada concentración en un envase de propileno.



Figura. 2 Titulación.

Inicio de la titulación por el método EDTA para ambas concentraciones (Ca y Mg) utilizando las respectivas soluciones.



Figura. 3 Medición de pH.

Se realizó el ajuste de pH de las sustancias que lo requerían para poder realizar correctamente el procedimiento.



Figura. 4 Reactivos y soluciones.

Soluciones utilizadas para llevar a cabo la titulación EDTA: acetato de sodio, buffer, clorhidrato de hidroxilamina, cianuro de potasio, indicador negro de eriocromo T, EDTA, cloruro de calcio, hidróxido de sodio, murexida y carbón activado, se conservaron en un recipiente de propileno.



Figura. 5 Vire de calcio.

Se observó correctamente el vire con una tonalidad de rosa-lila para cada una de las concentraciones de calcio.



Figura.6 Vire de magnesio

Se observó correctamente el vire de tonalidad azul para cada una de las concentraciones de magnesio