



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-435-1977**

**DETERMINACION DEL ION CLORURO EN MUESTRAS DE  
AGUAS PARA ALIMENTACION DE CALDERAS**

*DETERMINATION OF ION CHLORIDE IN WATER SAMPLES FOR THE  
FEEDING OF BOILERS*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes organismos:

LABORATORIO CENTRAL DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.

DIRECCION GENERAL DE CONTROL DE ALIMENTOS, BEBIDAS Y MEDICAMENTOS DE LA SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.

LABORATORIO NACIONAL DE SALUBRIDAD.

DIRECCION GENERAL DE IMPUESTOS INTERIORES, DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.

SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.

CONTROL INDUSTRIAL, S.A.

DETERMINACION DEL ION CLORURO EN MUESTRAS DE AGUAS PARA ALIMENTACION DE CALDERAS

DETERMINATION OF ION CHLORIDE IN WATER SAMPLES FOR THE FEEDING OF BOILERS

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de prueba para determinar el ion cloruro en muestras de aguas para alimentación de calderas.

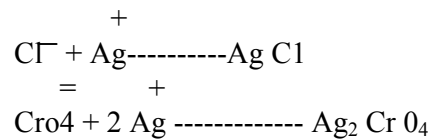
2 DEFINICIONES

Para los fines de la presente norma se consideran los cloruros a los aniones que están presentes en el agua en diversas concentraciones y normalmente se incrementan con el contenido mineral.

3 FUNDAMENTO

Se basa en la titulación de los cloruros con solución valorada de Nitrato de Plata usando como indicador Cromato de Potasio (Método de Mohr).

3.1 Reacciones



4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan son de grado analítico. Cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada.

- a) Agua exenta de Cloruros.
- b) Peróxido de Hidrógeno (agua oxigenada), al 30 %.
- c) Solución alcohólica de Fenolftaleina al 1 %.
- d) Solución de Cromato de Potasio al 5%.
- e) Solución valorada de Nitrato de Plata 0.0141 N.
- f) Solución estandar de Cloruro de Sodio 0.0141 N.
- g) Solución de Hidróxido de Sodio 1 N.
- h) Solución de Acido Sulfúrico 1 N.
- i) Suspensión de Hidróxido de Aluminio.

4.2 Preparación de reactivos

a) Agua exenta de cloruros.

Si no se dispone de agua exenta de Cloruros, purificar por redestilación o por intercambio iónico.

b) Solución alcohólica de fenolftaleína al 1 %.

Disolver 5 gramos de Fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico ó isopropílico al 95 %, diluir con 500 ml de agua y agregar solución de Hidróxido de Sodio hasta un débil coloración roja.

c) Solución de cromato de potasio al 5 %.

Disolver 50 gramos de  $K_2CrO_4$  en un poco de agua y diluir a 1000 ml. Titular con solución de Cloruro de Sodio 0.0141 N.

d) Solución valorada de nitrato de plata 0.0141 N.

Triturar aproximadamente 5 gramos de cristales de Nitrato de Plata y secar a peso constante a 40°C. Disolver 2.3951 gramos de cristales triturados y secos en agua y aforar a 1 litro. Valorar con solución patrón de Cloruro de Sodio. Conservar en frasco ámbar para proteger de la luz.

e) Solución estandar de cloruro de sodio 0.0141 N.

Disolver 0.8241 g de cloruro de Sodio previamente secado, en agua exenta de Cloruros y aforar a un litro.

f) Solución de hidróxido de sodio 1 N.

Disolver 40 gramos de hidróxido de Sodio en agua y aforar a 1 litro.

g) Solución de ácido sulfúrico 1 N.

Agregar, agitando constantemente, 28 ml de ácido sulfúrico concentrado, al agua, y aforar a un litro.

h) Suspensión de hidróxido de aluminio.

Disolver 125 gramos de alumbre de Potasio o de Amonio,  $K_2Al_2(SO_4)_3 \cdot 12H_2O$  o  $(NH_4)_2 Al_2(SO_4)_3 \cdot 12H_2O$ , en 1 litro de agua. Calentar a 60°C y agregar lentamente y con agitación, 55 ml de Hidróxido de Amonio concentrado. Dejar reposar 1 hora, pasar el contenido a un envase más grande y lavar el precipitado con agua en adiciones sucesivas, mezclando y decantando, hasta que se encuentre libre de cloruros. Recién preparada la suspensión ocupa un volumen aproximado de un litro.

4.3 Materiales

- a) Probetas 50 ml.
- b) Cápsulas de porcelana.
- c) Bureta de 50 ml.
- d) Pipetas volumétricas de 1 ml.
- e) Soporte universal.
- f) Pinzas para bureta.
- g) Agitador de vidrio.

5 APARATOS

- a) Balanza analítica con sensibilidad de  $\pm 0.1$  mg.
- b) Mufla eléctrica de hasta  $1200^\circ$ , con control de temperatura.
- c) Potenciómetro.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Usar una muestra de 100 ml, o una porción alícuota apropiada diluida a 100 ml (conteniendo como máximo 200 ppm) (véase A.1).
- 6.2 Agregar 1 ml de indicador  $K_2CrO_4$ .
- 6.3 Titular con la solución valorada de Nitrato de Plata hasta un vire amarillo rojizo.
- 6.4 Llevar un testigo siguiendo los mismos pasos.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Cálculos

$$\text{i6n Cl}^- \text{ en mg/l} = \text{p.p.m.} = \frac{(A-B) \times N \times 35.487 \times 100}{\text{ml de muestra}} =$$

$$\text{i6n Cl}^- \text{ en mg/l} = \text{p.p.m.} = \frac{(A-B) \times 0.0282 \times 35.487 \times 1000}{100} =$$

$$\text{i6n Cl}^- \text{ en mg/l} = \text{p.p.m.} = (A-B) \times 1.0 \times 10 = 10 (A-B)$$

A = ml de  $AgNO_3$  gastados para la muestra.

B = ml de  $AgNO_3$  gastados para el testigo.

N = Normalidad de la solución de  $AgNO_3$ .

## 8 REPRODUCIBILIDAD

La diferencia entre los valores de 2 determinaciones efectuadas inmediatamente una después de la otra, por el mismo analista, con la misma muestra y con los mismos aparatos, no debe exceder de 2.0%, en caso contrario repetir las determinaciones. El resultado debe ser el promedio de las 2 determinaciones.

### APENDICE A

#### A.1 Observaciones

A.1.1 Si la muestra se encuentra altamente colorida, en el punto 6.1, agregar 3 ml de suspensión de Hidróxido de Aluminio, mezclar, dejar sedimentar, filtrar y lavar combinado el filtrado y el lavado.

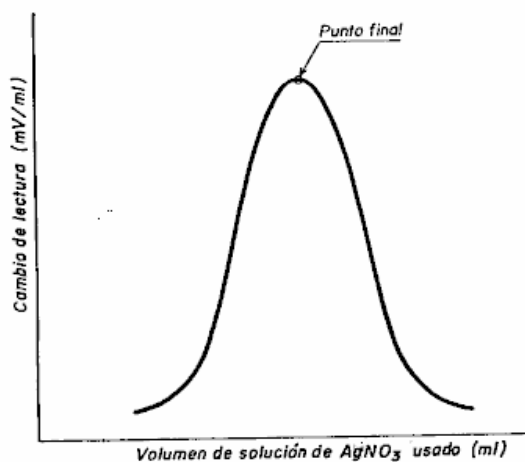
A.1.2 Si la muestra contiene sulfuro o Tiosulfato, alcalinizar a la Fenolftaleina con solución de Hidróxido de Sodio. Agregar 1 ml de Peróxido de Hidrógeno (agua oxigenada) y agitar. Neutralizar con ácido sulfúrico.

A.1.3 Si es necesario, ajustar el pH en un ámbito de 1 a 10 con solución de Hidróxido de Sodio o ácido sulfúrico.

A.1.4 Si por la naturaleza del agua, hubiera dificultad para observar el vire en la titulación con el Nitrato de Plata; en vez de usar el indicador se empleará el potenciómetro para detectar el punto final de la reacción al presentarse el cambio rápido de potencial. Emplear un electrodo de Plata-Cloruro de Plata y uno de vidrio.

A.1.5 Conviene hacer una gráfica del cambio de lectura por incrementos iguales de  $\text{AgNO}_3$  añadido (mv/ml), contra ml totales del titulante.

El punto máximo de la curva corresponde al punto final de la titulación, como se muestra a continuación.



APENDICE B

B.1 Bibliografía

- a) Annual Book of ASTM Standards, Part 23. Water Atmospheric Analysis 1970.
- b) Análisis Químico Cuantitativo del Dr. Fernando Orozco. 6ª Edición.
- c) Standards Methods for the Examination of Water and Waste Water. 13th Edition-1971.

México, D.F. Noviembre 4, 1977  
EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'RS', is centered on the page. The signature is fluid and cursive, with a large 'S' and a smaller 'R'.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.  
Fecha de aprobación y publicación: Noviembre 11, 1977