



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-436-1977

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

*DETERMINATION OF ION SULFATE 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 SULFATO EN MUESTRAS DE AGUAS PARA ALIMENTACION DE CALDERAS

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

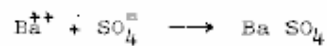
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de prueba para la determinación del ión sulfato en muestras de aguas para alimentación de calderas.

2 FUNDAMENTO

El método turbidimétrico para la medición de sulfatos se basa en el hecho de que el ión sulfato se precipita con Cloruro de Bario en un medio ácido para formar un precipitado de sulfato de Bario de partículas de tamaño uniforme. Se mide la absorbencia de la suspensión por medio de un fotocolorímetro o espectrofotómetro y se determina la concentración comparando el resultado con una curva de patrones conocidos.

2.1 Reacción



3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico y cuando se indique agua debe entenderse agua destilada.

- a) Cloruro de Bario en cristales.
- b) Sulfato de sodio.
- c) Glicerina.
- d) Acido clorhídrico concentrado.
- e) Alcohol etílico o isopropílico.
- f) Cloruro de sodio.

3.2 Preparación de reactivos

- a) Solución acondicionadora.
Se mezclan 50 ml de glicerina con una solución que contenga 30 ml de ácido clorhídrico concentrado, 300 ml de agua, 100 ml de alcohol etílico o isopropílico al 95% y 75 gramos de cloruro de sodio.
- b) Cloruro de bario en cristales.
Tamizar cristales de cloruro de bario $\text{BaCl}_2 \cdot (2\text{H}_2\text{O})$ entre las mallas 6.5 y 10.
- c) Solución estándar de sulfatos
Disolver 0.1479 g de sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4) en agua y aforar a 1 litro.

3.3 Materiales

- a) Matraces Erlenmeyer de 250 ml.
- b) Matraces aforados de 1000 ml.
- c) Matraces aforados de 50 ml.
- d) Soporte de fierro.
- e) Vasos de precipitados de 250 ml.
- f) Pipetas graduadas de 250 ml.
- g) Pipetas volumétrica de 5 ml.

4 APARATOS

- a) Agitador magnético con medidor automático de tiempo. Si se usa más de un imán, deben ser idénticos en forma y tamaño.
- b) Cronómetro en caso de no haber medidor automático de tiempo.
- c) Fotocolorímetro o espectrofotómetro
- d) Balanza analítica sensible a ± 0.1 mg.
- e) Estufa con control de temperatura.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Poner 100 ml de muestra o una alícuota adecuada en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, agregar 5 ml de solución acondicionadora y mezclar por medio de un agitador magnético.

5.2 Mientras se agita, agregar de 0.2 a 0.3 gramos de Cloruro de Bario y a partir de este momento, contar un minuto de agitación a una velocidad constante.

5.3 Después de transcurrir un minuto de agitación, verter parte de la solución a la celda del fotómetro y medir su turbidez dentro de los 5 minutos siguientes.

Generalmente se obtiene una turbidez máxima dentro de los primeros 2 minutos y a partir de entonces las lecturas se mantienen constantes durante 3 a 10 minutos.

5.4 Se considera como turbidez, la correspondiente a la lectura máxima en el período de los 5 minutos.

5.5 Comparar la lectura de turbidez con una curva de calibración obtenida por el mismo proceso con las soluciones tipo de sulfato, para así obtener la concentración del ión sulfato.

6 CURVA DE CALIBRACION

Formar una gama de soluciones tipo con valores de 0a 40 mg/l de sulfatos en incrementos de 5 ml/l. Arriba de 40 mg/l disminuye la exactitud del método, al mismo tiempo que las suspensiones de sulfato de bario pierden su estabilidad. Preparar las soluciones tipo diluyendo con agua 0.0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5, 15.0, 17.5 y 20.0 ml de solución estándar de sulfatos a 50 ml en matraces aforados. Estas soluciones tendrán concentraciones de ión sulfato de 0.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0, 35.00 y 40.0 mg/l respectivamente. Usar una longitud de onda de 425 n.m.

7 CALCULOS

$$\text{P.M. del Na}_2\text{SO}_4 = 142$$

$$\text{Peso de SO}_4 \text{ en } 142 = 96$$

$$142 - 96$$

$$X - 100$$

$$X = 147.9$$

Al disolver 0.1479 gramos de Na_2SO_4 en 1 litro de agua;

1 ml del patrón = 0.1 mg de SO_4

8 REPRODUCIBILIDAD

La diferencia entre los valores de 2 determinaciones efectuadas inmediatamente una después de la otra, por el analista, con la misma muestra y con los mismos aparatos, no debe exceder de 2.00 ppm en caso contrario repetir las determinaciones. El resultado será el promedio de las 2 determinaciones.

APENDICE A

A.1 Observaciones

Interfieren en este método el color y las sustancias suspendidas en exceso. La materia en suspensión puede ser eliminada por filtración. El color se elimina con carbón activo. Cuando se tienen concentraciones de sílice mayores de 500 mg/l y un alto contenido de materia orgánica, es probable que la precipitación del sulfato de bario no sea satisfactoria. La solución acondicionadora se agrega para estabilizar la suspensión y minimizar las interferencias.

9 BIBLIOGRAFIA

- a) Annual book of ASTM standards. Part. 23.
- b) Análisis químico cuantitativo. Dr. Fernando Orozco. Sexta Edición 1970.
- c) Standard Methods for the examination of water and waste water. 14th edition. 1973.

México, D.F., Diciembre 14, 1977
EL DIRECTOR GENERAL



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.
Fecha de aprobación y publicación: Marzo 7, 1978