



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-437-1978**

**DETERMINACION DE SILICE EN MUESTRAS DE AGUAS  
PARA ALIMENTACION DE CALDERAS**

*DETERMINATION OF SILICA IN WATER SAMPLES FOR THE  
FEEDING OF BOILERS*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## PREFACIO

En la elaboración de esta Norma participaron los siguientes organismos:

LABORATORIO NACIONAL DE SALUBRIDAD.

LABORATORIO CENTRAL DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y  
CREDITO PUBLICO.

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

SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA

DETERMINACION DE SILICE EN MUESTRAS DE AGUAS PARA  
ALIMENTACION DE CALDERAS

DETERMINATION OF SILICA IN WATER SAMPLES FOR THE FEEDING  
OF BOILERS

0 INTRODUCCION

La sílice  $\text{SiO}_2$  es una de las impurezas que más problemas ocasiona por el tipo de incrustaciones que llega a formar. Su presencia en el agua se debe principalmente a la acción destructiva de ésta sobre las rocas y su cantidad varía de acuerdo con los terrenos que atraviesa.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de prueba para la determinación de la sílice en muestras de aguas para alimentación de calderas o algún tipo de agua industrial cuyo contenido de sílice no exceda de  $1000 \mu\text{g/l}$ .

2 FUNDAMENTO

Este método está basado en la reacción del sílice soluble con el ion molibdato para formar un complejo color amarillo-verdoso, el cual enseguida es convertido a un complejo azul por reducción con ácido 1-amino 2 naftol 4 sulfónico; la intensidad del color es proporcional al sílice presente.

3 INTERFERENCIAS

Cuando los fosfatos causan interferencia, son eliminados por adición de una solución de ácido oxálico a la muestra en estudio.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico, a menos que se indique otra cosa, cuando se mencione agua se debe entender, agua destilada.

- a) Solución de ácido amino-naftol-sulfónico.
- b) Solución de molibdato de amonio (100 g/litro).
- c) Acido clorhídrico (1+1).
- d) Solución de ácido oxálico (100 g/litro).

e) Solución A de sílice (1 ml = 1 mg de SiO<sub>2</sub>).

NOTA: Todos los reactivos usados en este método, deben almacenarse en botellas de polietileno o de otro material plástico apropiado.

#### 4.1 Preparación de reactivos

a) Solución de ácido amino-naftol-sulfónico.

Disolver 0.5 g de ácido 1-amino 2-naftol 4-sulfónico en 50 ml de una solución que contenga 1.0 g de sulfito de sodio. (NaSO<sub>3</sub>) Después de disolver, verter la solución a 100 ml de otra solución que contenga 30 g de bisulfito de sodio (NaHSO<sub>3</sub>). Completar a 200 ml y almacenar en la obscuridad, en botella de plástico.

Preparar una solución nueva cada 2 semanas.

b) Solución de molibdato de amonio.

Disolver 10 g de molibdato de amonio (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub> Mo<sub>7</sub> O<sub>24</sub> · 4 H<sub>2</sub>O en 100 ml de agua.

c) Acido clorhídrico concentrado.

Mezclar 1 volumen de ácido clorhídrico concentrado (HCl de peso específico aproximado a 1.19) con un volumen de agua (1+1) .;

d) Acido oxálico.

Disolver 10 g de ácido oxálico (H<sub>2</sub> C<sub>2</sub> O<sub>4</sub> · 2 H<sub>2</sub>O) en 100 ml de agua.

e) Solución A de silicio.

Disolver 4.732 g de metasilicato de sodio (Na SiO<sub>3</sub> · 9 H<sub>2</sub>O) en agua y diluir a 1 litro en la que 1 ml = 1 mg de SiO<sub>2</sub>.

## 5 APARATOS E INSTRUMENTOS

a) Espectrofotómetro o fotómetro con filtro.

Las lecturas deben hacerse en espectrofotómetro a 650 nm o en fotómetro con filtro rojo.

b) Celdas para muestras.

El tamaño de la celda empleada, depende del rango cubierto y del instrumento usado.

c) Tubos de Nessler de 50 ml.

## 6 CURVAS DE CALIBRACION

### 6.1 Solución B

De la solución A, tomar 10 ml y llevar a 1000 ml, 1 ml = 10 microgramos de SiO<sub>2</sub>.

6.2 Preparar una serie de estándares cubriendo un rango de concentración entre 0 a 120 microgramos de SiO<sub>2</sub>, haciendo diluciones apropiadas a partir de la solución B de sílice.

6.3 Preparar diluciones a 50 ml, utilizando de 1 a 12 ml de solución B.

6.4 Leer la absorbancia de cada uno de los estándares que integran la serie, ajustando el aparato o el espectrofotómetro como se indica en 7.4.

6.5 Trazar la curva de calibración, graficando la absorbancia contra la concentración respectiva en microgramos por litro de sílice como SiO<sub>2</sub>.

## 7 PROCEDIMIENTO

7.1 Medir 50 ml de la muestra en un tubo de Nessler y agregar en sucesión rápida 1 ml de ácido clorhídrico (1.1) y 2 ml de solución de molibdato de amonio y mezclar perfectamente.

7.2 Después de 5 minutos exactos, agregar 1.5 ml de la solución de ácido oxálico y otra vez mezclar bien.

7.3 Después de 1 minuto, agregar 2 ml de la solución de ácido aminonaftol-sulfónico, mezclar bien y dejar reposar durante 10 minutos.

7.4 Tratar 50 ml de agua libre de sílice como se describe en los incisos 6.2, 6.3, 6.4 y usando ésta como solución de referencia, colocar en el espectrofotómetro y ajustar la lectura a cero de absorbancia y a 650 nm.

7.5 Medir la absorbancia de la muestra y comparar con la curva de calibración.

## 8 CALCULOS

La concentración de sílice, en microgramos por litro, se debe leer directamente en la curva de calibración.

## APENDICE A

### A.1 Observaciones

A.1.1 Las muestras que contengan más de 120 mg/litro, deben ser diluidas proporcionalmente.

APENDICE B

Annual Book of ASTM Standards 1970. Parte 23 Water, atmospheric análisis pp 87-94.

Parte 32 Métodos fotométricos para análisis químico de metales práctica E 60.


Parte 30 práctica E 275 descripción y medias efectuadas por espectrofotómetros.

Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water.

American Public Health Association.

México, D.F., Enero 31, 1978

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' followed by a vertical line and a horizontal line, with a long, sweeping flourish extending to the right.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Febrero 23, 1978