



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-438-1978

**“DETERMINACION DEL OXIGENO DISUELTO EN MUESTRAS
DE AGUA PARA ALIMENTACION DE CALDERAS”**

*“DETERMINATION OF DISSOLVED OXYGEN 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 HACIENDA.
- SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA DE LA SECRETARIA DE PATRIMONIO Y FOMENTO INDUSTRIAL.
- DIRECCION GENERAL DE IMPUESTOS INTERIORES DE LA
- SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.

“DETERMINACION DEL OXIGENO DISUELTO EN MUESTRAS DE AGUA
PARA ALIMENTACION DE CALDERAS”

“DETERMINATION OF DISSOLVED OXYGEN IN WATER SAMPLES FOR THE
FEEDING OF BOILERS”

1 INTRODUCCION

El oxígeno disuelto es un factor de la corrosión. Intervienen en ella cuando por la naturaleza de los materiales de la caldera se establece un potencial eléctrico y se presenta la disolución del hierro en forma de iones ferrosos, así como también en la oxidación de estos iones a férricos que precipitan. Estas reacciones continúan mientras existe el oxígeno disuelto.

2 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de prueba para la determinación del oxígeno disuelto en muestras de agua para alimentación de calderas.

3 DEFINICIONES

Para los fines de la presente norma se considera la siguiente definición:

3.1 Oxígeno disuelto

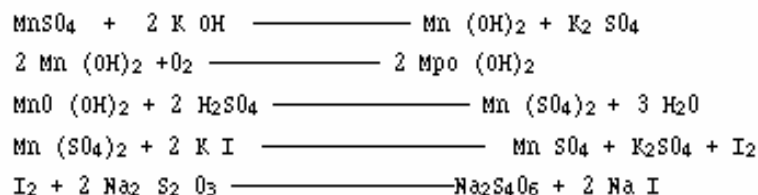
Es el oxígeno disuelto en el agua de alimentación de calderas.

4 FUNDAMENTO (Método de Winkler)

Se basa en lo siguiente:

El hidróxido manganeso es oxidado por el oxígeno disuelto en solución fuertemente ácida. Este hidróxido complejo libera yodo del yoduro de potasio cuando acidifica la solución. El yodo liberado (equivalente al oxígeno presente) se titula con solución de tiosulfato de sodio empleando solución de almidón como indicador.

Las reacciones son las siguientes:



5 MATERIALES Y REACTIVOS

5.1 Materiales

- a) Vasos de precipitados de 1000 ml.
- b) Pipetas volumétricas de 2 ml.
- c) Botellas usadas para demanda biológica de oxígeno de 300 ml.
- d) Matraces Erlenmeyer de 500 ml.
- e) Matraces aforados de 1000 ml.
- f) Buretas de 25 ml.
- g) Matraz volumétrico de 200 ml.

5.2 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan son de grado analítico y cuando se mencione agua, debe entenderse destilada.

- a) Acido sulfúrico concentrado.
- b) Solución de sulfato manganoso.
- c) Reactivo álcali-yoduro-azida.
- d) Solución de tiosulfato de sodio 0.025 N.
- e) Solución de almidón.
- f) Solución de dicromato de potasio 0.025 N.

5.2.1 Reparación de reactivos

- a) Solución de sulfato manganoso.
Disolver 480g de $MnSO_4 \cdot 4H_2O$, ó 400g de $MnSO_4 \cdot 2H_2O$ ó 364 g de $MnSO_4 \cdot H_2O$ en agua destilada, filtrar y diluir a un litro.
- b) Reactivo de álcali-yoduro-azida.
Disolver 700 g de KOH y 150 g de KI en agua destilada y diluir a 1 litro. A esta solución, agregarle 10 g de NaN_3 disueltos en 40 ml de agua.
- c) Solución de tiosulfato de sodio 0.025 N.
Disolver 6.205 g de tiosulfato pentahidratado en agua recientemente hervida y enfriada, y aforar a un litro.
- d) Solución de almidón.
En un mortero o en un vaso preparar con 5 ó 6 g de almidón soluble con una pequeña cantidad de agua, verter la emulsión en un litro de agua en ebullición, dejarla hervir durante unos minutos y dejar sedimentar por una noche.

NOTA: Emplear el líquido sobrenadante y preservarlo por la adición de 1.25g de ácido salicílico por litro o unas cuantas gotas de tolueno y conservar en refrigeración.

- e) Solución de dicromato de potasio 0.025 N.

Disolver 3.677 g de dicromato de potasio (previamente secado a 103°C, durante 2 horas) en agua y aforar a 1 litro.

5.2.2 Estandarización de la solución

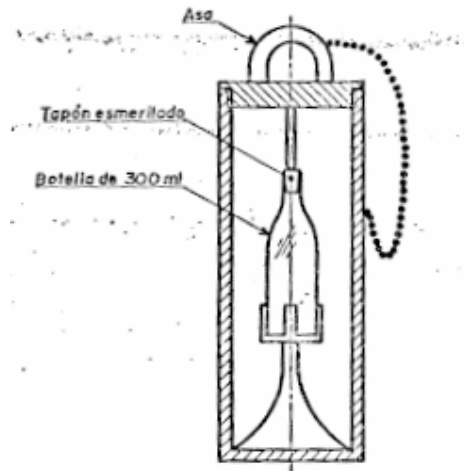
Disolver 2 g de yoduro de potasio exento de yodato en un matraz Erlenmeyer en 150 ml de agua aproximadamente. Agregar 10 ml de ácido sulfúrico 1:9 exactamente y 20 ml de la solución valorada de dicromato de potasio, dejar en la obscuridad durante 5 minutos, luego diluir a 400 ml y titular con solución de tiosulfato de sodio.

Ajustar la solución de tiosulfato de sodio a 0.025 N.

6 APARATOS

- a) Un muestreador fabricado en acero inoxidable para tanque atmosférico (véase figura 1).
- b) Estufa con control de temperatura.
- c) Balanza analítica con sensibilidad de ± 0.1 mg.

FIGURA 1



7 TOMA DE MUESTRAS

El muestreador de oxígeno disuelto (figura 1) conteniendo en su interior una botella de 300 ml para demanda bioquímica de oxígeno, se sumerge en el punto de muestreo. Al llenarse el muestreador (cese del burbujeo debido al desalojamiento del aire por el agua) se saca del agua y se extrae de su interior la botella previa colocación de su tapón e inmediatamente se procede a medirle la temperatura y a la fijación de oxígeno a la muestra problema como se indica en 8.1, 8.2 y 8.3 para evitar pérdidas por acción biológica. El transporte de las muestras al laboratorio debe hacerse en hielo y en un tiempo menor de 8 horas, evitando su exposición a la luz solar y transportándolas en cajas adecuadas para evitar pérdidas de muestra por movimientos.

Cuando la toma de muestra se realiza en una llave de toma de muestra del tanque de alimentación del agua para la caldera, se conecta a ésta una tubería de hule o plástico que vaya hasta el fondo del frasco dejando rebosar el agua durante 5 minutos por lo menos, e inmediatamente cerrar la llave. Extraer lentamente la tubería, cuidando que no queden burbujas en el seno de la muestra problema, tomar la temperatura, fijarle el oxígeno y tapanlo siguiendo las instrucciones relacionadas con el transporte de las muestras dadas anteriormente.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Agregar con pipeta 2 ml de solución de sulfato de manganeso, seguido por 2 ml de reactivo de alcali-yoduro-azida, introduciendo la pipeta 2 cm aproximadamente abajo de la superficie de la solución. Tapar la botella con cuidado para que no entren burbujas de aire y mezclar invirtiendo la botella 15 veces.

8.2 Cuando el flóculo ha llegado a la mitad de la altura de la botella, agitar de nuevo.

8.3 Cuando la solución clara sobrenadante haya llegado a 100 ml, quitar el tapón y agregar 2 ml de ácido sulfúrico concentrado, dejándolo resbalar por el cuello de la botella. Tapar y mezclar por inversión hasta que la dilución sea completa.

8.4 Llevar la solución problema a 30°C, tomar una alícuota de 100 ml y pasarla a un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Titular sin demora con solución 0.025 N de tiosulfato de sodio hasta un color amarillo pálido. Agregar de 1 a 2 ml de solución indicadora de almidón y continuar la titulación hasta la primera desaparición del color azul.

9 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

$$\text{ppm de OD} = \frac{V \times N \times \text{Eq.} \times 1000}{v \text{ m}}$$

Donde:

OD = Oxígeno disuelto.

V = ml de solución de tiosulfato 0.025 N usado para la titulación.

N = Normalidad del tiosulfato.

Eq = Peso equivalente de oxígeno.

vm = Volumen de la muestra problema.

Corrección por la adición de reactivos:

Reactivos agregados = 4 ml (2 ml de sulfato manganeso ± 2 ml de alcali-yoduro-azida) en 300 ml de muestra original.

Como se pipetearon 100 ml de muestra:

$$\frac{300}{300 - 4} = \frac{100}{X} : X - 98.7$$

Substituyendo y rectificando el volumen de muestra:

$$\begin{aligned} \text{ppm OD} &= \frac{V \times 0.025 \text{ N} \times 8 \times 1000}{98.7} \\ &= V \times 2.03 \end{aligned}$$

10 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 1.0% en caso contrario repetir las determinaciones. El resultado será el promedio de las 2 determinaciones.

APENDICE A

A.1 Observaciones

EL ion nitrito libera yodo en condiciones ácidas, por eso se agrega reactivo de azida alcalina yodurada para convertir el nitrito a nitrógeno molecular, igualmente minimiza las interferencias por sustancias oxidantes y reductoras, orgánicas, cloro y compuestos de Hierro.

Tabla 1, donde se muestra la cantidad máxima de oxígeno que puede disolverse en agua a 760 mm de presión y a varias temperaturas.

TABLA 1

MAXIMO DE OXIGENO DISUELTTO EN AGUA A 760 mm y A VARIAS TEMPERATURAS	
0°C	
5	60.450 mg/l
10	60.720 "
15	53.680 "
20	48.020 "
25	43.330 "
30	39.310 "
50	35.880 "
70	26.570 "
100	18.560 "
	00.000 "

11 BIBLIOGRAFIA

- a) American Society for Testing and Materials (ASTM) part 23, 1970.
- b) Análisis Químico Cuantitativo. Dr. Fernando Orozco. Sexta Edición.

- c) Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water. 14 th Edition . 1976.
- d) Handbook of Chemistry and Phisics. Forty-Fisrt Edition. 1959.

México, D.F. Febrero 8, 1978

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'S' shape with a vertical line through it, and a horizontal line extending to the right.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Febrero 23, 1978