



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

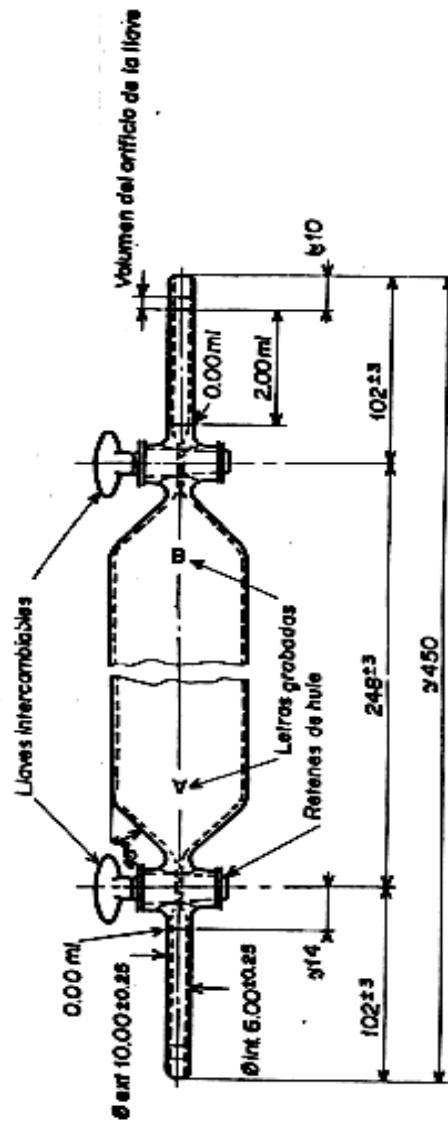
NORMA MEXICANA

NMX-K-444-1978

**DETERMINACION DE ION SULFITO EN MUESTRAS DE AGUA
PARA ALIMENTACION DE CLADERAS**

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

DIRECCION GENERAL DE NORMAS



NOTA Las llaves deben ser de fluorocarbono

FIGURA 1 TUBO DE MUESTREO DE 500ml

- 4.2.8 Solución de yoduro de potasio (50g/l).
- 4.2.9 Solución indicadora de almidón.

5 PREPARACION DE REACTIVOS

5.1 Acido clorhídrico (1:1)

Mezclar un volumen de ácido clorhídrico concentrado (peso específico 1.19) con un volumen de agua.

5.2 Solución estándar de tiosulfato de sodio 0.10 N

Disolver 24.82g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua recién hervida y enfriada, diluir a un litro y homogeneizar muy bien. Estabilizar la solución disolviendo en ella un gramo de carbonato de sodio y volver a homogeneizar.

5.3 Solución 0.005 N de tiosulfato de sodio

Transferir 25 ml de la solución 0.1 N de tiosulfato a un matraz volumétrico de 500 ml, diluir a la marca y mezclar completamente. Esta solución debe ser preparada de 12 a 15 horas antes de ser usada.

5.4 Solución estándar de iodato de potasio 0.10 N

Disolver $19.40 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ de iodato de potasio secado a 120°C , agregar 0.5 g de bicarbonato de sodio en agua y diluir a un litro, titular con la solución 0.1 N de tiosulfato.

5.5 Solución 0.025 N de iodato de potasio

Transferir 50 ml de la solución estándar de iodato de potasio 0.10 N a un matraz volumétrico de 200 ml y diluir al aforo. Esta solución debe ser preparada de 12 a 15 horas antes de ser usada.

5.6 Solución de yoduro de potasio (50 g/l)

Disolver 5 g de KI y 0.5 g de bicarbonato de sodio en agua recién hervida y enfriada y diluir a 100 ml.

5.7 Solución indicadora de almidón

Hacer una pasta con 6 g de almidón iodométrico soluble con agua fría. Vaciar la pasta en un litro de agua hervida. Agregar 20 g de hidróxido de sodio, mezclar muy bien y dejar reposar durante 2 horas, y agregar 6ml de ácido acético glacial (de 99.5%). Mezclar muy bien y agregar suficiente HCl (peso específico de 1.19) para ajustar el pH de la solución a 4.0.

Almacenar la solución en una botella con tapón esmerilado. La solución de almidón preparada de esta forma es químicamente estable durante un año.

NOTA: El ioduro de potasio no debe impartir un color azul, cuando un gramo es disuelto en 20 ml de agua recientemente hervida y tratada con 5 gotas de ácido sulfúrico 1 N y 1 ml de solución de almidón recién preparada.

6 ESTANDARIZACION

6.1 Estandarización de la solución de tiosulfato de sodio 0.10 N

Disolver 2 g de ioduro de potasio, y 2 g de bicarbonato de sodio en 300 ml de agua en un Erlenmeyer de 500 ml y agregar HCl (peso específico 1.19) lentamente mientras se agita el matraz, hasta que cese la emisión de CO₂.

Agregar 10 ml en exceso de HCl, mezclar bien y entonces disolver 0.098 g de K₂Cr₂O₇, lavar el interior del matraz con una pequeña cantidad de agua sin agitar el matraz, dejándola reposar 10 minutos.

Titular con la solución de Na₂S₂O₃, utilizando la solución de almidón como indicador, hasta el cambio de color azul a incoloro.

Calcular la normalidad del tiosulfato como sigue:

$$N = \frac{A}{49.04 \times B} \times 1000$$

En donde:

N = Normalidad de la solución de Na₂S₂O₃.

A = Gramos de dicromato de potasio utilizados

B = Mililitros de solución de Na₂S₂O₃ requeridos en la titulación

7 APARATOS

7.1 Agitador mecánico

7.2 Titulador electrométrico de punto muerto equipado con electrodos de platino. El conjunto debe ser sensitivo a la adición de 0.05 ml de la solución de tiosulfato de sodio 0.005 N a 500 ml de agua. (véase A.1).

8 TOMA DE MUESTRA

Colocar el tubo para muestrear en posición vertical en un soporte con su salida superior libre de conexiones de mangueras y a un nivel más alto que la válvula para ajustar el flujo de la muestra. Conectar el extremo inferior de la línea de muestreo por medio de un tubo de hule. La línea de muestreo debe contener un serpentín de enfriamiento adecuado.

Si el agua muestreada está arriba de la temperatura ambiente, la muestra debe ser enfriada a la temperatura ambiente.

Si se utiliza un serpentín de enfriamiento, la válvula de ajuste del agua de enfriamiento, debe estar a la entrada del serpentín de enfriamiento y el sobre flujo estar en un punto de baja elevación.

La válvula para ajustar el flujo de la muestra debe estar a la salida del serpentín de enfriamiento.

Regular el flujo de la muestra de tal manera que se llene el tubo para muestrear en un tiempo de 40 a 60 segundos y continúe este flujo el tiempo suficiente para que se lleven a cabo por lo menos diez cambios de agua en el tubo para muestrear. Si la línea de muestreo es usada en forma intermitente, deje un tiempo razonablemente más largo para la primera muestra, para asegurar un flujo adecuado de la línea de muestreo y el serpentín de enfriamiento. Cerrar la válvula superior del tubo e inmediatamente cierre la válvula inferior y quite el tubo de conexión.

Si la línea por muestrear está a alta presión de tal manera que el tubo de muestreo pueda explotar al producirse un golpe de ariete al cerrarse las válvulas, reducir lentamente el flujo de la muestra con la válvula de control, precisamente antes de que se quite la muestra, pero no cortar el flujo de la muestra completamente.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Llenar 3 buretas de 10 ml, una con KCl (1:1), otra con solución de KI, y la última con solución de KIO_3 de 0.025 N. Sacudir el agua de la boquilla superior del tubo para muestrear y llenar la boquilla a la marca de calibración superior con HCl. Si una burbuja queda atrapada en la boquilla, dentro o abajo del reactivo, quitarla con un alambre de platino limpio. Abrir la válvula inferior y dar entrada al reactivo mediante el control de la válvula superior hasta que el menisco de la boquilla coincida con la marca de calibración inferior. Si la muestra contiene más de 800 ppm de sosa, agregar 2 ml de ácido por cada 1000 ppm de alcalinidad o fracción que exceda de las 800 ppm. Cierre ambas válvulas y enjuagar ambas boquillas con un fino chorro de agua.

Mezclar el contenido sacudiendo o mediante movimientos giratorios, y sacudir el exceso de agua de cada boquilla. Invertir el tubo y llenar lo que ahora es la boquilla superior con solución de KI hasta la marca de calibración de 2 ml.

9.2 Introducir la solución en la muestra, repitiendo el control con la válvula, el enjuague de ambas boquillas, las sacudidas y el movimiento rotatorio de agitación y la sacudida del agua de ambas boquillas. Nuevamente invertir el tubo e introducir 2.0 ml de solución de KIO_3 0.025 N en la muestra, siguiendo las instrucciones dadas arriba relacionadas con la adición de reactivos, enjuagado de las boquillas, mezclado de la muestra, etc.

9.3 Titulación de la muestra

Invertir el tubo para muestrear y vaciar la muestra en un vaso de precipitados, abriendo ambas válvulas. No enjuagar o soplar dentro del tubo de muestra, pero si sacudir las últimas gotas de la boquilla hacia el vaso. Agregar varias gotas de la solución indicadora de almidón para indicar la proximidad del punto final. Insertar los electrodos del aparato electrométrico de punto muerto en la muestra. Accionar el agitador a baja velocidad y titular el exceso de iodo (cloruro con la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.005 N).

9.4 Determinación del blanco

Hacer la titulación de un blanco con 500 ml de agua que no contenga sulfito, al cual se le agregaron los 3 reactivos que se indican para la muestra de acuerdo a lo especificado en 9.1.

10 CALCULOS

Calcular la concentración de sulfito como miligramos por litro de sulfito de sodio, de la manera siguiente:

sulfito como

$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ en mg/l (ppm)} = \frac{63000\text{N (A-B)}}{\text{S}}$$

Donde:

N = Normalidad de la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

A = Volumen en mililitros de la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ requeridos para titular el blanco.

B = Volumen en mililitros de solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ requeridos para titular la muestra problema.

S = Volumen del tubo para muestrear menos 6 ml.

NOTA: Para convertir los mg/l de sulfito de sodio en mg/l de ion sulfito, se multiplica por 0.635.

APENDICE A

A.1 Observaciones

La titulación puede ser realizada con indicador engrudo de almidón, si no se dispone de titulador electrométrico.

11 BIBLIOGRAFIA

1970 Annual Book of ASTM Standards part 23. Water Atmospheric Analysis.

México, D.F., Marzo 8, 1978

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' followed by a long horizontal stroke that loops back up and over the 'R'.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Marzo 14, 1978