



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-474-1979

**DETERMINACION DE ACIDEZ O ALCALINIDAD TOTAL EN
MUESTRAS DE AGUA PARA ALIMENTACION DE CALDERAS**

*DETERMINATION OF TOTAL ACIDITY OR ALKALINITY 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.

DETERMINACION DE ACIDEZ O ALCALINIDAD TOTAL EN MUESTRAS DE
AGUA PARA ALIMENTACION DE CALDERAS

DETERMINATION OF TOTAL ACIDITY OR ALKALINITY IN WATER
SAMPLES FOR THE FEEDING OF BOILERS

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método de prueba para la determinación de acidez o alcalinidad total en muestras de agua para alimentación de calderas.

2 FUNDAMENTO

Este método se basa en el desarrollo de una curva de titulación para identificar el punto de inflexión que corresponde al punto de equivalencia de la acidez o alcalinidad total. Se agrega ácido o álcali estándar a la muestra en pequeños incrementos y las lecturas de pH se toman después de cada adición.

Los volúmenes de solución añadida se grafican contra los valores de pH observados. Todas las medidas de pH se hacen electrométicamente.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Reactivos

Todos los reactivos que a continuación se mencionan son de grado analítico y cuando se indique agua, debe entenderse que es destilada y exenta de CO₂ (recientemente hervida).

- a) Acido clorhídrico concentrado o ácido sulfúrico concentrado.
- b) Sosa cáustica.
- c) Carbonato de Sodio (anhidro).
- d) Ftalato ácido de potasio (KHC₃ H₄ O₄) anhidro.
- e) Papel filtro.

3.2 Preparación de soluciones

- a) Acido clorhídrico 0.02 N o ácido sulfúrico 0.02 N.

Preparar una solución 0.1 N de HCl, diluyendo 8.3 ml de HCl concentrado a 1000 ml en matraz aforado; o una solución 0.1 N de H₂SO₄ diluyendo 2.8 ml de H₂SO₄ concentrado a 1000 ml en matraz aforado. Diluir 200 ml de la solución de ácido clorhídrico 0.1 N o de ácido sulfúrico 0.1 N a 1000 ml en matraz aforado.

3.3 Materiales

- a) Vasos de precipitado de 100 ml y 250 ml.
- b) Bureta de 25 ml.
- c) Termómetro de -10° a 110°C.
- d) Pipetas volumétricas de 20, 25 y 50 ml.
- e) Matraz aforado de 1000 ml.
- f) Matraz aforado de 200 ml.
- g) Matraz erlenmeyer de 500 ml.
- h) Desecador.
- i) Parrilla eléctrica o mechero.
- j) Recipientes de nalgene.
- k) Pesafiltros.

ESTANDARIZACION

Solución de 0.02 N de Carbonato

Pesar 1.060 ± 0.001 g de carbonato de sodio anhidro, secado a la estufa a 140°C por 4 horas, llevar a 1000 ml en matraz aforado, con agua exenta de CO₂. Tomar 25 ml de esta solución y titular con la solución de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico empleando el potenciómetro, el final de la titulación será la inflexión máxima de la curva, como se indica en el procedimiento (véase 5).

$$N = \frac{N' V'}{V}$$

Donde:

N = Normalidad de la solución de ácido.

N' = Normalidad de la solución de carbonato.

V' = ml de la solución de carbonato.

V = ml de la solución de ácido.

Solución de hidróxido de sodio 0.02 N

Preparar una solución de hidróxido de sodio 1 N, pesar 40 gramos de hidróxido de sodio, disolver en agua, enfriar y llevar a 1000 ml en matraz aforado de 1000. Diluir 20 ml de la solución 1 N de hidróxido de sodio a 1000 ml en matraz aforado.

ESTANDARIZACION

Pesar 4.085 ± 0.001 g de biftalato de potasio anhidro previamente secado en estufa a 105° ó 115° °C, llevando a 1000 ml en matraz aforado.

Medir 25 ml de esta solución y titular con la solución de hidróxido de sodio 0.02 N, empleando el potenciómetro, el final de la titulación será la inflexión máxima de la curva como se indica en el procedimiento (véase 5).

$$N = \frac{N_1 V_1}{V}$$

Donde:

N = Normalidad de la solución de sosa.

N₁ = Normalidad de la solución de biftalato de potasio.

V₁ = ml de la solución de biftalato de potasio.

V = ml de solución de sosa.

4 APARATOS

- a) Potenciómetro con sus electrodos de vidrio y calomel.
- b) Agitador mecánico magnético.
- c) Balanza analítica con sensibilidad + 0.1 mg.

d) Estufa eléctrica con control de temperatura.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Lavar los electrodos con agua y secarlos.

5.2 Calibrar el potenciómetro con una solución reguladora de pH aproximado al que se espera de la muestra.

5.3 Volver a lavar y secar los electrodos.

5.4 Pipetear 50 ml de muestra al vaso de precipitados, manteniendo la pipeta en posición vertical con la punta apoyada en la pared del vaso.

5.5 Medir el pH de la muestra y anotarlo como dato inicial.

5.6 Añadir solución de ácido o álcali 0.02 N en incrementos de 0.5 ml, mezclar con el agitador magnético y tomar las lecturas cuando el pH permanezca constante. Cuando se acerca el final de la titulación, agregar el ácido o álcali en incrementos más pequeños.

5.7 Estos datos sucesivos sirven para trazar una curva de titulación, graficando los ml de la solución estándar agregados a la muestra contra los valores obtenidos de pH.

La acidez o alcalinidad de la muestra, se obtiene de los ml de álcali o ácido gastados correspondientes al último punto de inflexión de la curva.

6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

6.1 Cálculos

Acidez (o alcalinidad) total como mg/1 de $\text{CaCO}_3 = \text{AN} \times 50000/\text{ml}$ de muestra.

Donde:

A = ml de ácido o alcali estándar gastados en la titulación.

N = Normalidad de la solución estándar.

7 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 0.2 %, en caso contrario, repetir las determinaciones. El resultado será el promedio de las 2 determinaciones.

APENDICE A

A.1 OBSERVACIONES

- a) Si la muestra requiere una cantidad apreciable superior a 25 ml de solución estándar para su titulación, usar una solución estándar de 0.1 N.
- b) Una curva de titulación electrométrica, es continua con el cambio progresivo de pH en una sola dirección si se logra el equilibrio después de cada titulación; si se obtienen uno o más puntos de inflexión, en este caso se toma el último. Una curva dentada o irregular puede indicar que el equilibrio no fue alcanzado antes de añadir el siguiente incremento. El tiempo de reacción puede ser un intervalo de pocos segundos, y reacciones más complejas pueden requerir intervalos mucho más largos. Es importante, por lo tanto, que el período sea suficiente para dar tiempo a que el pH se estabilice.

APENDICE B

B.1 BIBLIOGRAFIA

- a) American Society for Testing and Materials (ASTM), 1970.
- b) Standar Methods for Examination of Water and Waste Water. 14 th. Edition. 1976.
- c) Análisis Químico Cuantitativo. Dr. Fernando Orozco. Sexta Edición.

México, D.F., Agosto 14, 1979

EL DIRECTOR GENERAL

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

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 14, 1979