

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSI
ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS



Estudio Comparativo de los Análisis Turbidimétrico
y Complejométrico de los Sulfatos en
las Aguas Naturales

TRABAJO RECEPCIONAL

QUE PARA OBTENER
EL TITULO DE:
QUIMICO
PRESENTA

MARGARITA MA. FOYO MANCILLA

CON TODO MI CARINO Y GRATITUD.

A MIS PADRES:

LIC.LUIS FOYO CASTILLO.

MA. TERESA M. DE FOYO.

A MIS HERMANOS:

MA.TERESA Y RICARDO.

SALVADOR.

MA.LUISA.

FERNANDO.

MAGDALENA Y JOSE ANGEL.

FRANCISCO JAVIER. y

JOSE LUIS.

JORGE.

MARTHA.

A MIS TIOS.

A MIS PRIMOS.

A MIS MAESTROS.

A MIS COMPANEROS Y AMIGOS.

RECOGNICIÓN.

Por medio de estas líneas quiero hacer presente mi sincero agradecimiento al Sr. Quím. Ind. Enrique Díaz de León Sánchez, bajo cuya dirección, efectiva colaboración, interés y asesoramiento, se efectuó este Trabajo Recepcional, en el Laboratorio de Hidrogeocúmica del Instituto de Investigación de Zonas Desérticas de la U.A.S.L.P.

Al Sr. Biól. Fernando Medellín Leal, Director de dicha institución, por su decidido apoyo y las facilidades prestadas para la realización de este trabajo.

A la Brita. Quím. Ind. y M.C. Mary E. Nolan, por su valiosa cooperación para la realización del mismo.

Y en general a todo el personal del I.I.Z.D., y a todas las personas que colaboraron en una forma u otra en la realización del presente trabajo.

INDICE

INTRODUCCION.

- CAPITULO I.- ANTECEDENTES Y OBJETIVOS.
- CAPITULO II.- FUNDAMENTOS DE TURBIDIMETRIA.
- CAPITULO III.- FUNDAMENTOS DE COMPLEJOMETRIA.
- CAPITULO IV.- ANALISIS DE SULFATOS POR EL METODO TURBIDIMETRICO.
- CAPITULO V.- ANALISIS AUXILIARES (DUREZA,CALCIO Y MAGNESIO - COMPLEJOMETRICOS),CONDUCTIVIDAD Y ALCALINIDAD.
- CAPITULO VI.- ANALISIS COMPLEJOMETRICOS DE SULFATOS.
- CAPITULO VII.- DISCUSION DE RESULTADOS.
- CAPITULO VIII.- CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

BIBLIOGRAFIA.

INTRODUCCION

El ión sulfato es uno de los aniones más importantes y de mayor distribución en la naturaleza, se encuentra combinado con el calcio, magnesio, sodio, potasio, etc, formando sales de relativa abundancia en las llamadas aguas duras.

La importancia de los sulfatos radica en la tendencia que tiene a formar incrustaciones en los intercambiadores de calor en aguas para abastecimiento público e industrial, en las calderas de uso industrial, en las placas metálicas, reduciendo la conductividad de las paredes, aumentando el consumo de combustible, la rapidez de deterioración de las placas por el calentamiento que reciben. En todos los casos, las incrustaciones aumentan el peligro de explosión de las calderas, sobre todo, cuando se encuentran en cantidad excesiva dichos sulfatos.

El contenido de sulfatos (especialmente de calcio y magnesio) en aguas naturales es de importante consideración para abastecimiento público y fines industriales, en los que no se requiere la pureza del agua potable.

Dentro del ciclo natural del azufre, los sulfatos ocupan un lugar predominante, dado que la mayoría de las transformaciones que en él ocurren, dan lugar a oxidaciones o reducciones que conducen a este anión.

La presencia en exceso de sulfatos en agua para consumo humano, provocan efectos purgantes en las personas que los ingieren. Otro problema causado por estos aniones es la corrosión en los drenajes, provocado por la reducción microbiana del sulfato al ácido sulfhídrico y su posterior oxidación a ácido sulfúrico, dando lugar a la corrosión de concreto en las alcantarillas. Estos efectos pueden ser eliminados en gran parte, si se proporciona una debida ventilación que cambie las condiciones anaerobias en aerobias.

En el presente trabajo, se compara la exactitud de dos métodos de determinación del ión sulfato en aguas naturales.

CAPITULO I

ANTECEDENTES Y OBJETIVOS.

La determinación de Sulfatos en las aguas naturales ha sido uno de los métodos con más variación en el transcurso del tiempo y de la técnica en estos campos. Antiguamente se efectuaba por Métodos Gravimétricos que eran lentos y con un gran número de manipulaciones que generalmente propiciaban errores en los resultados.

Por ejemplo, tenemos el Análisis Gravimétrico de Azufre, en el que éste se determina ordinariamente por conversión de toda la sustancia que contiene azufre en una muestra de peso conocido, a ión sulfato, después de lo cual se precipita $BaSO_4$, se lava, se filtra, se seca y se pesa. La determinación está basada en la reacción:



Los cristales que se obtienen en los métodos de precipitación ordinarios no son formas geométricas perfectas, pero en general los cristales de $BaSO_4$ tienen una estructura característica: el tamaño y la forma de un precipitado varían al cambiar las condiciones de precipitación.

El $BaSO_4$ es soluble en agua a temperatura ambiente, sólo en una razón aproximada de 3 mg/lit. En la práctica la solubilidad disminuye por la presencia del ión bario en exceso de las aguas madres. El $BaSO_4$ sólo es un poco más soluble a temperaturas elevadas. Este hecho reviste particular importancia porque permite usar agua caliente para el lavado con lo cual se eliminan las impurezas del precipitado.

El $BaSO_4$ es más soluble en medios ácidos que en agua pura. Por ejemplo, su solubilidad en una solución de HCl 1 F es alrededor de 30 veces mayor que en agua pura. Esta situación es consecuencia de que el H_2SO_4 no es por completo un ácido fuerte, cuando se efectúa su ionización.

Con el nacimiento de la Colorimetría y Turbidimetría, se desarrolló un método basado en la misma precipitación de los Sulfatos

con una sal de bario, que permitió su determinación en muchos casos semicuantitativa por el problema que ocasionaba la rápida sedimentación. Este método fué perfeccionándose hasta ser en la actualidad el más utilizado por su exactitud.

La desventaja que se presenta en este método, es el tamaño de las partículas de la suspensión, ya que la dificultad de conseguir estas partículas un tamaño determinado, limita la exactitud del método.

Como ventaja, tenemos que la adición de un coloide protector como la gelatina, goma arábiga, alcohol-glicerina, previene la sedimentación demasiado rápida de la suspensión.

Recientemente se encontró una técnica complejométrica, que consiste en precipitar los sulfatos, con una solución valorada y en exceso de $BaCl_2$; y titular con una solución valorada de Sal di-sódica del ácido Etilendiamino Tetraacético.

Al principio del siglo actual, Werner hizo estudios sobre los compuestos complejos, tanto orgánicos como inorgánicos y expresó que en ellos la fuerza que une a los iones metálicos con otros iones, no corresponden a las valencias normales, sino que existe otra valencia de carácter auxiliar mediante la cual se forman complejos.

El objeto del presente trabajo, consiste en hacer una comparación de los Métodos Complejométrico y Turbidimétrico, para observar las ventajas y desventajas, y determinar cual es más aceptable, mediante la determinación de Sulfatos en una serie de muestras de agua de pozo.

Este trabajo se efectuó en el Laboratorio de Hidrogeoquímica del INSTITUTO DE INVESTIGACION DE ZONAS DESERTICAS de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí.

TABLA 1.- Las muestras analizadas son las siguientes:

Núm.1	P.P. Muñoz y Garcíadiego.
Núm.2	P.P. Colonia Atlas.
Núm.3	P.P. Caja de Agua.
Núm.4	P.P. Alameda lado Norte.
Núm.5	P.P. Vasco de Quiroga.
Núm.6	P.P. P.de Alvarez y L.de Grijalva.
Núm.7	P.P. Av.Juárez frente Internado Damián Carmona.
Núm.8	P.P. Fray Toribio Benavente.
Núm.9	P.P. Tlaxcala.
Núm.10	P.P. Tláloc.
Núm.11	P.P. Xicóntecatl y Fernando Rosas.
Núm.12	P.P. Central de Abastos.
Núm.13	P.P. Plaza de Fundadores.
Núm.14	P.P. Valentín Amador y San Lázaro.
Núm.15	P.P. Caoba y Oyamel.
Núm.16	P.P. Zona Residencial Orquídea.
Núm.17	P.P. Los Filtros.
Núm.18	P.P. Carretera Central Km $1\frac{1}{2}$ Pozo Núm.6.
Núm.19	P.P. 3a Calle Col.San Luis y Manuel José Othón.
Núm.20	P.P. Colonia Guanos.

P.P. = Pozo Profundo.

CAPITULO II

FUNDAMENTOS DE TURBIDIMETRIA.

1.-DISPERSION DE LA RADIACION.

2.-METODOS ANALITICOS.

3.-LEYES FUNDAMENTALES.

4.-INSTRUMENTACION.

5.-APLICACIONES.

1.-DISPERSION DE LA RADIACION.

El término dispersión, aplicado a la interacción de la energía radiante con la materia, abarca una variedad de fenómenos. La expresión siempre implica más o menos cambios en la dirección de propagación. El mecanismo implicado depende de la longitud de onda de la radiación, del tamaño y la forma de las partículas responsables de la dispersión y algunas veces de su arreglo espacial. La radiación dispersa puede ser de la misma frecuencia que el haz primario, o puede cambiar su frecuencia; éste último es el llamado efecto Raman.

Lord Rayleigh demostró, en 1871, que la radiación que incide sobre una partícula transparente pequeña, comparada con la longitud de onda, induce un dipolo eléctrico que oscila a una frecuencia forzada igual a la radiación incidente. Este dipolo oscilante actúa entonces como una fuente de radiación, emitiendo la misma frecuencia en todas direcciones, aunque no necesariamente con igual potencia. Este efecto debe distinguirse de la dispersión causada por la reflexión en la superficie de una partícula que tiene superficie mayor comparada con la longitud de onda. (6)

Desde el punto de vista de la Química Analítica, el sistema de mayor interés consiste de suspensiones de partículas (sólidas o líquidas) en líquidos (suspensiones coloidales o emulsiones). La dispersión de partículas relativamente grandes se llama Dispersión Tyndall.

Normalmente las mediciones se llevan a cabo con luz visible. La muestra se ilumina con un haz de intensidad I_0 . La intensidad transmitida I_t puede medirse como en Espectrofotometría, o bien - determinar la intensidad de la radiación dispersa a un ángulo - específico (tal como I a 90°).

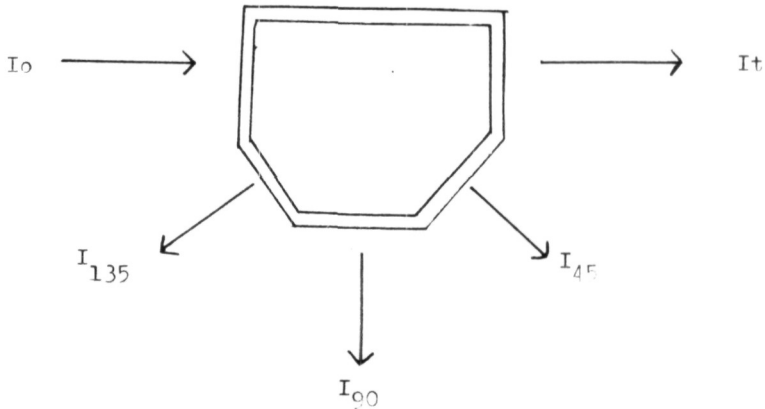


Fig 1.- Relación de intensidad en la dispersión de la luz.
 I_0 , Intensidad del rayo incidente.
 I_t , Intensidad del rayo transmitido.
 I_{45} , I_{90} , y I_{135} , Intensidad de la luz dispersa a los ángulos indicados.

La relación I_t/I_0 disminuye al aumentar el número de partículas en suspensión, mientras que las relaciones tales como I_{90}/I_0 aumentan.

Para suspensiones diluidas las mediciones angulares son mucho más sensibles, ya que supone la observación de una luz débil y dispersa contra un fondo obscuro, más que la comparación de dos cantidades de casi igual valor. (6)

2.- METODOS ANALITICOS.

La Turbidimetría se basa en la medida de la disminución de intensidad de un haz colimado como resultado de la dispersión. Esta medición es lineal y puede realizarse en cualquier Espectrofotómetro estándar o Fotómetro de filtro.

La Nefelometría (del griego *nepheló*, nube) se basa en la medición de la potencia de la radiación dispersa perpendicular a un haz colimado. (14)

Cuando hay una segunda fase en un medio transparente, la cantidad de la luz se dispersa en todas direcciones. Como consecuencia de una suspensión densa o de turbidez elevada causada por la interferencia de partículas, el haz sufre una pérdida de intensidad a lo largo de su trayectoria. Si otras variables se mantienen constantes, el grado de esta pérdida puede relacionarse con la concentración en peso de las partículas que producen la dispersión. En este caso las mediciones turbidimétricas resultan satisfactorias.

La elección entre una dimensión turbidimétrica y nefelométrica depende de la fracción de la luz dispersada. Cuando la luz es extensa, debido a la presencia de muchas partículas la medición turbidimétrica es satisfactoria. Si la suspensión es menos densa y la disminución del haz incidente es pequeña, las mediciones nefelométricas dan resultados más satisfactorios.

Es importante apreciar que la dispersión asociada con la nefelometría y la turbidimetría (en contraste con la espectroscopia de Raman) no supone pérdida de potencia radiante, sólo se afecta la dirección de propagación. La intensidad de radiación que aparece en cualquier ángulo depende del número de partículas, de su tamaño y de su forma, de los índices de refracción relativos de las partículas del medio y de las longitudes de onda de la radiación. La relación de estas variables es compleja. (14)

Debe llevarse un control minucioso del tiempo, cantidades y concentraciones de muestras y reactivos, proporción de agitación y período de mezcla. Generalmente se agrega un estabilizador como alcohol-glicerina para proteger el coloide, es decir para evitar la coagulación más allá de cierto tamaño.

El análisis químico de este tipo más conocido es quizá, la precipitación del $BaSO_4$ bajo condiciones que producen una suspensión más estable.

3.- LEYES FUNDAMENTALES.

El tratamiento matemático riguroso de la turbidimetría y la nefelometría es complicado. Una cantidad correspondiente a la absorbancia se puede obtener turbidimétricamente para dar la relación:

$$S = \log \frac{I_0}{I_t} = kbc \quad (1)$$

donde:

S = "turbidancia" o turbidez.

k = constante de proporcionalidad (que puede llamarse "coeficiente de turbidez").

b = longitud del camino óptico.

c = concentración en gramos por litro.

La expresión (1) es válida sólo para suspensiones diluídas, porque al aumentar c, más luz dispersa llega a la fotocelda medidora a través de una dispersión múltiple. Sin embargo, las suspensiones muy diluídas originan mediciones fotométricas inciertas ya que I_t es muy semejante a I_0 .

La ecuación (1) se emplea en análisis turbidimétrico de igual modo que la ley de Beer en el análisis fotométrico. La relación $\log I_0/I_t$ y c se establece con muestras estándar, usándose el disolvente como una referencia para determinar la concentración de muestras de mediciones turbidimétricas.

Para mediciones nefelométricas, se presenta gráficamente la intensidad del haz colimado perpendicularmente al haz incidente contra la concentración; se obtiene frecuentemente una relación lineal.

4.- INSTRUMENTACION.

En la actualidad los aparatos que se encuentran en el comercio permiten obtener, casi en todos los casos una exactitud comparable o superior a los métodos volumétricos.

El siguiente diagrama de la fig. 2 representa un Fotómetro cuyos componentes esenciales son los siguientes:

Fr, Fuente de Radiación.

L, Lentes y Espejos.

C, Portamuestras.

F, Detector.

Re, Registrador.

M, Medidor.

A, Amplificador.

Control de longitud de onda (Monocromador), el cual está constituido de los siguientes componentes:

R, Rendija de entrada y Rendija de salida.

P, Elemento dispersante (Prisma). (2)

Espectrofotómetros.-

Un espectrofotómetro es un instrumento que se usa para determinar cuantitativamente la transmisión de la luz de diferentes longitudes de onda. Las partes principales de que consta son: la fuente de radiación electromagnética, el monocromador, el receptor fotoeléctrico y un aparato que capta la señal del receptor (puede ser un medidor fotoeléctrico tal como un potenciómetro-variable registrador o un potenciómetro). En algunos casos pueden emplearse filtros ópticos para obtener luz casi monocromática, aunque en general se emplea un monocromador de prisma o rejilla, es decir la extensión con que se propagan las diferentes longitudes de onda va a depender del tamaño que tenga la abertura de salida del monocromador: cuando más -

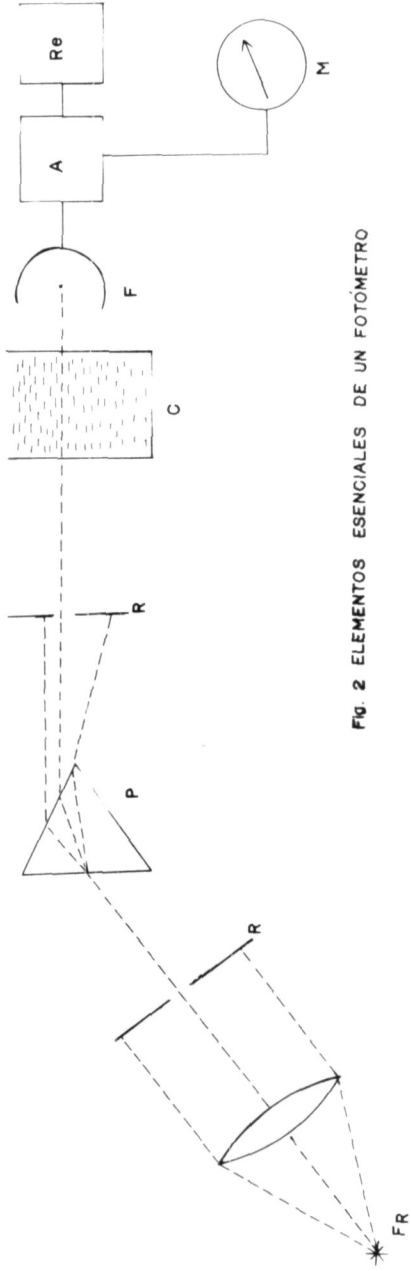


FIG. 2 ELEMENTOS ESENCIALES DE UN FOTOMETRO

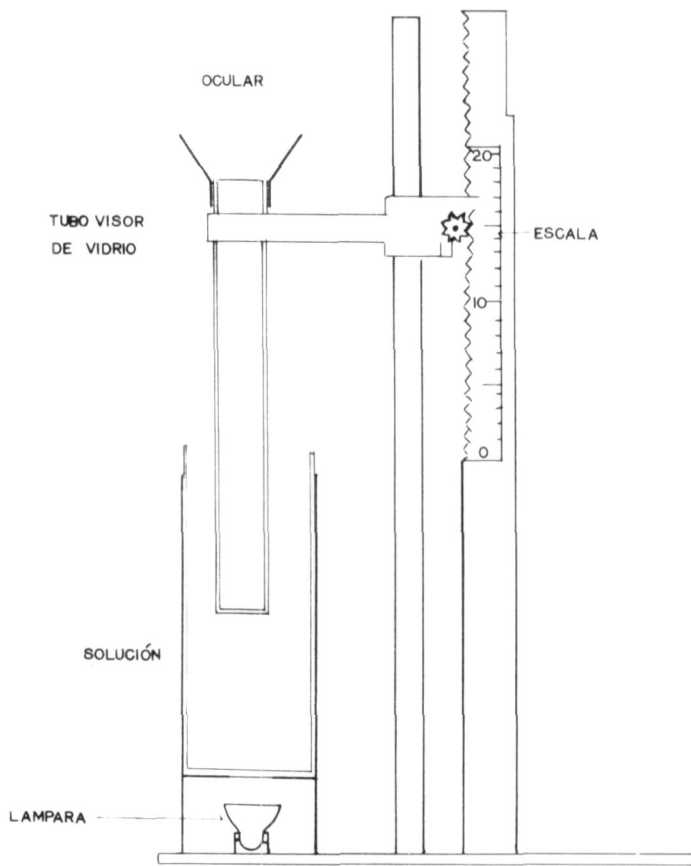


Fig. 3 Turbídmetro Sencillo

estrecha es la abertura, más monocromática será la radiación y mayor el poder de resolución de las líneas que estén más próximas. (5)

Turbidímetros.-

La fig. 3 muestra un turbidímetro visual sencillo. El tubo de visión es ajustado en la suspensión hasta que desaparece el filamento de la lámpara en forma de S. La longitud de la solución se relaciona con la concentración mediante calibración. Este aparato muy elemental proporciona datos notablemente precisos para análisis de sulfatos en bajas concentraciones. Aquí se forma una suspensión de BaSO_4 formada por la adición del BaCl_2 . (14)

5.- APLICACIONES.

Los métodos turbidimétricos o nefelométricos se usan ampliamente en el análisis de agua para la determinación de claridad y para control de los procesos de tratamiento. Además puede determinarse la concentración de una variedad de iones por el uso de reactivos-precipitadores apropiados. Deben escogerse las condiciones de modo que la fase sólida se forme como una suspensión coloidal estable. Con frecuencia se agregan agentes tensoactivos (como gelatina) a la muestra para prevenir la coagulación del coloide, ya que sólo se obtienen datos analíticos confiables cuando se controla escrupulosamente el tamaño de las partículas. En la tabla núm. 2 figuran algunas de las especies determinadas por métodos turbidimétricos o nefelométricos. El método turbidimétrico más empleado es el del ión sulfato. (14)

Tabla 2.- Algunos Métodos Turbidimétricos y Nefelométricos. (14)

T = Turbidimétrico.

N = Nefelométrico.

Elemento	Método	Suspensiones	Reactivo	Interferencias
Ag	T, N	AgCl	NaCl	-
As	T	As	KH_2PO_2	Se, Te
Au	T	Au	SnCl_2	Ag, Hg, Pd, Pt, Ru, Se, Te

Elemento	Método	Suspensiones	Reactivo	Interferencias
Ca	T	CaC_2O_4	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	Mg, Na, $\text{SO}_4^{=}$ (en altas concentraciones)
Cl^-	T, N	AgCl	AgNO_3	I^- , I^-
K	T	$\text{K}_2\text{NaCo}(\text{NO}_2)_6$	$\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$	$\text{SO}_4^{=}$
Na	T, N	$\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{OAc})_9$	$\text{Zn}(\text{OAc})_2$ y $\text{UO}_2(\text{OAc})_2$	Li
$\text{SO}_4^{=}$	T, N	BaSO_4	BaCl_2	Pb
Sb	T	Se	SnCl_2	Te
Te	T	Te	NaH_2PO_2	Se

También se han empleado mediciones turbidimétricas para la determinación del punto final de titulaciones de precipitación.

CAPITULO III

TECNICAS DE COMPLEJOMETRIA.

- 1.-CONSIDERACIONES GENERALES.
- 2.-COMPLEJOMETRIA.
- 3.-INDICADORES UTILIZADOS EN COMPLEJOMETRIA.
- 4.-PROPIEDADES Y CARACTERISTICAS DEL ACIDO ETILENDIAMINO-TETRAACETICO.
- 5.-REACTIVOS ENMASCARANTES.

1.-CONSIDERACIONES GENERALES.

Los complejos inorgánicos empleados en análisis volumétrico son muy escasos y su aplicación es muy limitada; pero en el método de Complejometría denominado también Volumetría por formación de Complejos que tiene como base la medición del volumen necesario, de la solución valorada, por lo general de un compuesto orgánico, para formar un compuesto complejo con el ión metálico que se cuantea.

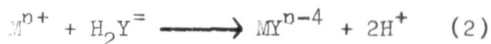
De importancia creciente han sido las volumetrías de formación de iones complejos, principalmente debido al aumento de métodos volumétricos que utilizan como reactivos a las complexonas, que se distinguen por su aptitud para formar compuestos quelados.

El más utilizado es el ácido etilendiamino-tetraacético EDTA y sus sales sódicas que reaccionan con los iones alcalino-térreos y otros polivalentes formando complejos.

2.-COMPLEJOMETRIA.

En Complejometría la substancia complejante es la sal disódica del ácido etilendiamino-tetraacético denominado también ácido versénico que se utiliza como agente enmascarante para evitar las reacciones de los cationes sencillos. Su efecto depende de muchos factores como el pH, y la estabilidad del complejo que forma con el metal que se trata de enmascarar.

El ácido es insoluble en agua, pero su sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, es soluble y este compuesto es muy utilizado como reactivo aunque casi siempre se ha designado como EDTA. Este reactivo forma compuestos muy solubles, de estabilidades muy diversas, con todos los cationes. En todos los casos el EDTA reacciona con el catión en relación molar 1:1 como lo indica la siguiente ecuación:



Esta reacción indica que cuanto más pequeña sea la constante del complejo EDTA, más alto deberá ser el pH de la disolución para que puedan formarse complejos. (2)

En todo complejo deben distinguirse:

- 1) El Núcleo: formado por el átomo central y los átomos o moléculas que lo rodean para constituir el ión complejo.
- 2) El Índice de Coordinación, que es el número de átomos o moléculas unidas al átomo central.
- 3) La Valencia del Complejo, que puede ser cero, negativa o positiva.
- 4) Ligandos, son los radicales o moléculas que se coordinan con un ión metálico. (12)

Varias reacciones dan complejos o moléculas neutras sin disociar, pero pocas pueden usarse para la valoración, pues la mayoría de los complejos son demasiado inestables para la valoración cuantitativa.

Para que un formador de complejos pueda servir en complejometría se han de seguir los siguientes requisitos:

- a) Formar solo un complejo definido.
- b) Reaccionar cuantitativamente sin reacciones secundarias.
- c) El valorante y el complejo han de ser estables.
- d) La reacción debe ser rápida.
- e) Disponer medios para determinar el punto de equivalencia.

to la valoración nos da la totalidad de calcio + magnesio, es decir la dureza total.

2.- Murexida, (o Purpurato Amónico).- Es un indicador importante en medio alcalino, forma complejos coloridos con diversos iones metálicos, entre los que encontramos el calcio que forma complejos de color rosado o violeta azulado, dentro de un pH alrededor de 12.

En la actualidad se aplica al cuanteo de los iones Co^{++} , Ni^{++} , Cu^{++} y Ce^{++} , con los que forma complejos cuyo color va del amarillo al azul-violeta; con otros iones metálicos divalentes, como cadmio, magnesio y zinc, forman complejos que no son empleados en Complejometría por su baja estabilidad. (11)

El indicador Murexida suele añadirse en forma de polvo, ya que es extremadamente sensible a la oxidación cuando se utiliza en disolución. Esta sensibilidad del Murexida a la oxidación hace que la determinación del calcio mediante verseno, sea difícil en las muestras que se hayan preparado por fusión, como consecuencia de la presencia de percloratos.

Otra razón que aconseja la eliminación de las sales amónicas es facilitar que el pH de la disolución pueda elevarse hasta el valor 12, que debe alcanzarse durante la valoración.

3.- P.A.N. (1,2 Piridil Azo 2 Naftol).- Polvo anaranjado soluble en alcohol. Sus soluciones alcohólicas son anaranjadas. En un pH 12 son rojizas. En soluciones ácidas débiles son amarillas. Es un indicador metálico para el Pb, As, Be, Ge, Os, Rh, Ru, Tl, Te. El P.A.N. es un indicador de numerosas aplicaciones, pudiéndose valorar versenométricamente, usando este indicador, directamente el Cu, Zn, Cd, Sc, In.

Cuando el cambio de coloración es lento, se acelera calentando como en el caso del Pb.

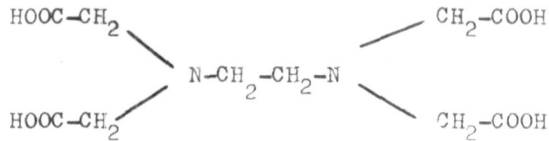
4.- Violeta de Pirocatecol.- Es la pirocatecol-sulfonftaleína. Es un indicador metálico para elementos tri y tetravalentes, en soluciones ácidas y alcalinas con las cuales produce combinaciones coloreadas.

Se usa para la determinación del Li :sólido y en presencia del Th :del Mn y del Al , así como en la determinación del Uranio.

En la actualidad se están usando otros indicadores, como la Galfeína, Metalftaleína, Ditzona, Tiourea, etc. Uno de los más usuales es el Tiron (de los símbolos Ti e Iron-hierro). Es la sal disódica del ácido dihidroxibenceno 1,2, disulfónico 3,5. Es un agente complejante del Fe , con el cual produce varias coloraciones según su pH . Entre 3 y 4 es azul; violeta, entre pH 5 y 7. Sirve para la titulación del Fe cuando se utiliza en la proporción 1:1, pues de otra manera su cambio de color no es perceptible. A un pH de 3, el punto final en la determinación del Fe es el cambio de azul al amarillo. (12)

4.-PROPIEDADES Y CARACTERISTICAS DEL ACIDO ETILENDIAMINOTETRAACETICO.

Es uno de los compuestos más utilizados en Complejometría al que corresponde la fórmula desarrollada:



Esta sustancia forma complejos con diversos metales con esta-bilidad diferente, es decir, con una constante k distinta para cada uno. Contiene 4 Hidrógenos Carboxílicos que funcionan como ácido y al formar anillos cerrados con 4 ligandos, compleja un gran número de metales. Los indicadores metálicos forman compuestos coloreados con los metales que se quieren valorar, menos estables que los complejos del EDTA respectivo.

Las titulaciones con el EDTA han sido clasificadas en: directas, indirectas y por desplazamiento. En las directas se añade el titulante hasta que vire el indicador. En las indirectas se añade un exceso de EDTA y luego se titula con una solución iónica de concentración conocida. Las titulaciones por desplazamiento se efectúan como en la valoración del calcio en presencia del magnesio con Eriocromo T,
+

Se han de considerar otros requisitos menos importantes:

- a) El formador de complejos no ha de ser tóxico.
- b) Debe de ser fácil de obtener.
- c) Es preferible que el complejo formado sea soluble en agua e incoloro. (10)

3.- INDICADORES UTILIZADOS EN COMPLEJOMETRIA.

Son compuestos orgánicos que forman complejos fuertemente coloreados con los iones metálicos. Los complejos-ión metálico-indicador deben ser estables, pero menos que los correspondientes complejos metal-EDTA, con objeto que pueda observarse un cambio de color notable por desplazamiento del ligando del complejo metal-indicador. (4)



Es fundamental que la molécula del indicador tenga, a un pH determinado, distinto color que el del complejo formado por el indicador y el catión que se valora y la diferencia entre ambas coloraciones sea notable ya que en otra forma, la mezcla de las coloraciones cerca en el punto final de la titulación, puede hacer que este sea confuso. El punto final de equivalencia se percibe más fácilmente cuando se ha utilizado una cantidad indispensable.

Los indicadores más importantes utilizados en Complejometría son los siguientes:

1.- Eriocromo-T, (Negro de Eriocromo o Negro de Solocromo).- Es uno de los indicadores más apropiados en Complejometría. Los cationes Mg^{++} Zn^{++} permiten la estabilidad de los complejos de este indicador durante la titulación con solución de EDTA, el complejo se encuentra formado impartiendo color a la solución hasta que se aproxima el punto de equivalencia.

El colorante Negro de Eriocromo-T da un complejo color rojo vino con el magnesio, pero vira al azul cuando todos los iones magnesio han sido eliminados por el verseno. La formación del complejo de magnesio es óptima a pH 10 en presencia de NH_4Cl y NH_4OH . El calcio es transformado en complejo antes que el magnesio y por lo tan

se añade una pequeña cantidad de iones magnesio al titulante, de tal manera que al complejarse todo el calcio, los iones magnesio dan su color característico con el Eriocromo-T, (12)

El EDTA, por contener 4 Hidrógenos Carboxílicos, puede valorarse con una base; funciona como un ácido débil y se necesitan 4 moles - de NaOH para neutralizar un mol del mismo. Si se encuentra un metal como el calcio, puede determinarse éste con una solución de KOH estando presente el EDTA.

El EDTA forma complejos incoloros, pero estables con el calcio - y el magnesio. Por adición de Murexida que da un color azul en medio también alcalino, se torna color salmón cuando el calcio está presente. Cuando este elemento es complejado por el EDTA el color de su - complejo con el metal indicador desaparece, quedando coloreado el me - dio nuevamente de azul violeta, debido al Murexida libre. En esto se funda la determinación del calcio, en presencia del magnesio, el cual no forma ningún complejo coloreado con el Murexida. (12)

5.- REACTIVOS ENMASCARANTES.

En los métodos complejométricos se dispone de la aplicación de agentes enmascarantes, los cuales son compuestos que forman complejos con los cationes; es un ocultamiento del ión metálico, que no pudiendo ser separados de otros por algún medio apropiado, se le impide tomar parte en el equilibrio químico con el reactivo complejométrico y con el indicador usado, formando con el enmascarante apropiado un complejo muy estable en las condiciones del medio en el cual se efectúa la titulación de otros iones no enmascarados.

A continuación, se dan algunos ejemplos de sustancias enmascarantes y sus aplicaciones, usando como reactivo solución valorada de - EDTA.

En solución alcalina:

La Trietanolamina enmascara: Fe^{+3} y Mn^{+3}
Se pueden titular: Ca y Ni.

En solución ácida:

La Tiosemicarbazida enmascara: Hg^{++}
Se pueden titular: Pb, Bi, Cd, Zn y Pb a pH 5-6 (11)

CAPITULO IV

ANALISIS DE SULFATOS POR EL METODO TURBIDIMETRICO.

- 1.- APARATOS.
- 2.- REACTIVOS.
- 3.- PROCEDIMIENTO.
- 4.- DISCUSION GENERAL.
- 5.- CALCULOS.
- 6.- RESULTADOS OBTENIDOS.

1.- APARATOS.

Colorímetro Coleman Junior II, Modelo 6 | 20.

2.- REACTIVOS.

1) Solución Estándar de Na_2SO_4 de 200 p.p.m.

Se disuelven 295.8 mg de Na_2SO_4 en un litro de agua.

2) Soluciones Estándar de Sulfatos.

Se preparan por medio de la solución patrón de Na_2SO_4 , soluciones de 10, 20, 30, 40 y 50 p.p.m. A cada solución se le añaden los mililitros correspondientes y se diluyen a 200 ml con agua destilada.

3) Acido Clorhídrico concentrado, densidad 1.19 g/lt.

4) Solución de Alcohol-Glicerina 2:1.

Se diluyen 2 partes de Alcohol de 96° en una de Glicerina Q.P. (50 ml de alcohol en 25 ml de Glicerina) hasta homogenización completa.

5) Cloruro de Bario sólido anhidro grado ACS en cristales.

3.- PROCEDIMIENTO.

En un matraz Erlenmeyer de 250 ml agregar 20 ml de cada una de las muestras, empezando con agua destilada (0 p.p.m.), siguiendo con

las soluciones de Sulfatos 10,20,30,40,y 50 p.p.m. y ensucide cada una de las muestras que se van a analizar.

A cada una de las muestras de 20 ml agregarle 1 c.c. de HCl, - 4 c.c. de Alcohol-Glicerina y aproximadamente 100 mg de $\text{BaCl}_2(\text{s})$. Se agita un minuto cada muestra, se deja reposar 20 minutos y se toma la lectura a los 20 minutos en el colorímetro.

4.- DISCUSION GENERAL.

Siempre que se vayan a analizar una serie de muestras, deberá prepararse una curva patrón, tomando 20 ml de las soluciones de concentración conocida (0,10,20,30,40, y 50 p.p.m. de $\text{SO}_4^{=}$) y sometién-dolas al mismo procedimiento que a las muestras, el cual se indicó anteriormente.

A la muestra se le añade HCl conc. para evitar interferencias de carbonatos; la mezcla Alcohol-Glicerina para mantener las partículas en suspensión utilizando como reactivo Cloruro de Bario en medio ácido para la precipitación de Sulfatos. Es importante controlar el tiempo de agitación y reposo de cada una de las muestras para permitir la formación del Sulfato de Bario de tamaño uniforme.

5.- CALCULOS.

Tomando los datos de la Transmitancia para los diferentes concentraciones de las series patrón, se construye una curva patrón, en la cual se determinan las concentraciones de las muestras.

$$\text{p.p.m.} = \frac{\text{Lectura de la gráfica p.p.m.} \times 20}{\text{ml de la alícuota}}$$

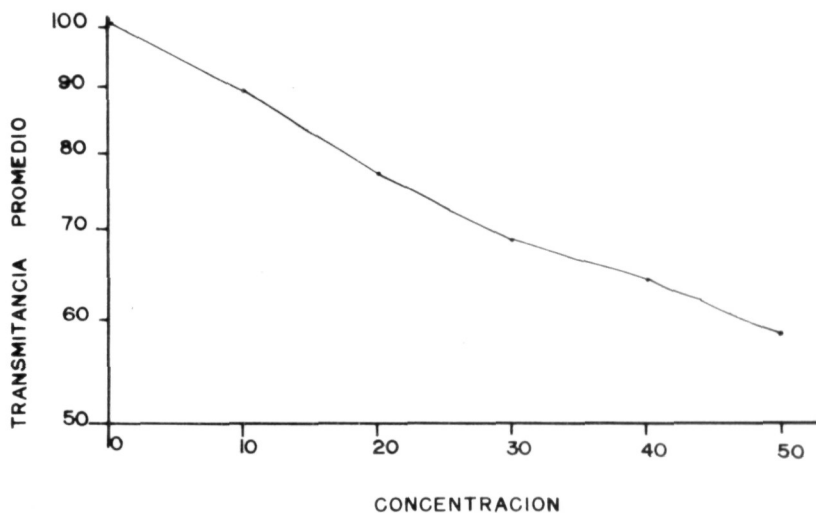
Tabla 3.- RESULTADOS OBTENIDOS DE SULFATOS POR EL METODO TURBIDIMETRICO.

Muestra Núm.	Transmitancia %	Concentración D.p.m.
1	72.0	23.0
2	78.5	23.0
3	87.0	14.0
4	93.0	9.0
5	83.0	12.0
6	83.0	12.0
7	74.0	28.5
8	87.5	8.0
9	98.0	2.5
10	82.0	11.5
11	81.5	18.5
12	84.0	10.0
13	95.0	5.0
14	84.5	15.0
15	90.0	10.0
16	91.0	9.0
17	66.0	33.0
18	91.0	7.0
19	94.5	4.0
20	94.0	7.5

VALORES PROMEDIO PARA LAS SOLUCIONES PATRON UTILIZADAS

MUESTRA	TRANSMITANCIA
Sol. 0 p.p.m.	100
Sol. 10 p.p.m.	89
Sol. 20 p.p.m.	77
Sol. 30 p.p.m.	68.5
Sol. 40 p.p.m.	64
Sol. 50 p.p.m.	58

Fig. 4 GRAFICA DE LAS SOLUCIONES PATRON UTILIZADAS CONCENTRACION VS. TRANSMITANCIA PROMEDIO



CAPITULO V

ANALISIS AUXILIARES (DUREZA, CALCIO Y MAGNESIO COMPLEJOMETRICOS),
ALCALINIDAD Y CONDUCTIVIDAD.

1.-DUREZA.

- a) Consideraciones Generales.
- b) Reactivos Necesarios.
- c) Procedimiento.
- d) Cálculos.

2.-CALCIO Y MAGNESIO.

- a) Consideraciones Generales.
- b) Reactivos Necesarios.
- c) Procedimiento para la Determinación del Calcio.
- d) Cálculos.

3.-ALCALINIDAD.

- a) Consideraciones Generales.
- b) Reactivos Necesarios.
- c) Procedimiento.
- d) Cálculos.

4.-CONDUCTIVIDAD.

- a) Consideraciones Generales.
- b) Aparatos.
- c) Procedimiento.
- d) Cálculos.

5.-RESULTADOS OBTENIDOS DE LOS ANALISIS ANTERIORES.

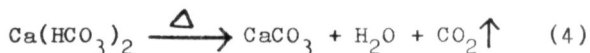
1.- DUREZA.

a) CONSIDERACIONES GENERALES.

Las aguas naturales, debido a la acción disolvente del ácido carbónico, contienen diversas cantidades de sales y son de composición muy variable. Son consideradas aguas duras, aquellas que cuando se emplean para lavar con los jabones ordinarios, precipitan en forma de grumos y no hacen fácilmente espuma.

La dureza del agua se debe principalmente a las sales solubles de calcio y magnesio, las cuales reaccionan con los jabones ordinarios, que son sales de sodio o potasio de ácidos grasos de elevado peso molecular, formando sales insolubles de calcio y magnesio. No sólo los iones de calcio y magnesio forman estos jabones insolubles, sino también el fierro, aluminio, y manganeso, ya sea bajo la forma de bicarbonatos o sulfatos. También se consideran aguas duras aquellas que provocan incrustaciones en las calderas, tuberías de agua caliente, evaporadores, intercambiadores de calor y otras unidades en las cuales la temperatura se incrementa.

La dureza del agua puede ser temporal o permanente. La dureza temporal se debe a la presencia de bicarbonatos de calcio o magnesio. Esta dureza como su nombre lo indica se elimina rápidamente por ebullición del agua, de acuerdo con la siguiente reacción:

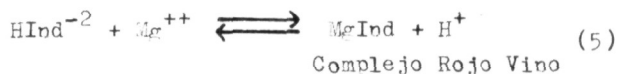


La dureza permanente se debe a la presencia de sulfatos o cloruros de calcio o magnesio. Esta dureza sólo se puede eliminar por procedimientos químicos. (9)

El grado de dureza del agua se expresa generalmente en términos de p.p.m. de CaCO_3 . Y en la actualidad se determina por análisis complejométrico que se basa en la medición del volumen de solución valorada, que se requiere para el compuesto complejo del ión metálico que se cuantea o quelato.

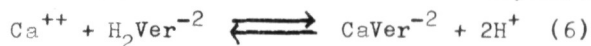
El EDTA y sus sales de sodio, forman un quelato complejo soluble cuando se agrega a una solución de ciertos cationes metálicos.

Si se agrega una pequeña cantidad de un colorante, como el Negro de Eriocromo T, a una solución acuosa que contenga iones de calcio y magnesio, a un pH de 10, forme un complejo débil, de color rojo vino.

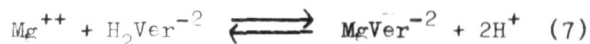


Durante la titulación de una solución que contenga tanto Ca^{++} como Mg^{++} el EDTA reaccionará así:

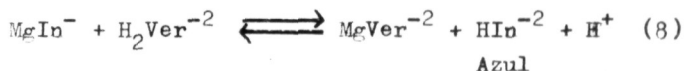
Primero con Ca^{++} hasta que la concentración de calcio, sea muy baja:



Luego con Mg^{++} :



Después con el complejo rojo del indicador a base de Magnesio, MgIn^{-} :



La desaparición de parte del color rojo identifica el punto del vire. Dicha desaparición es provocada por el ligero exceso del Ver-seno, el cual separa el Mg^{++} del MgIn^{-} del color rojo, dejando al HIn^{-2} de color azul (estable en pH 10 u 11) que es el punto final de la titulación. (4)

Algunos iones metálicos interfieren con este procedimiento dando por resultado la pérdida del vire o cierta imprecisión en su apreciación; las interferencias se pueden eliminar usando agentes enmascarantes, los cuales forman complejos más estables con las sustancias que se quieran enmascarar o eliminar, que con los de las mismas y el versenato. Tal es el caso de la determinación del Zn y del Cd cuando están presentes el Cu y el Ni. Se enmascaran estos con el cianuro, se añade formol para destruir los complejos cianurados del Zn y Cd y se valoran con el EDTA.

b) REACTIVOS NECESARIOS.

1) Indicador.

Mezcla de 0.5% de Eriocromo en NaCl.

2) Solución de EDTA 0.01 M

Se disuelven 3.723 g de la sal disódica del Etilendiamino - Tetraacético en un litro de agua.

3) Solución Buffer Núm. 1

Se mezclan 8.25 g de NH_4Cl y 113 ml de NH_4OH , en un litro de agua, cuya solución deberá dar un pH de 10.

4) Solución Buffer Núm. 2

Se disuelven 40 g de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ en 600 ml de H_2O , y por separado 10 g de NaOH y 10 g de Sal de Rochelle $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ - y 10 g de $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ o 7g de $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de agua; cuando - ambas soluciones estén frías se mezclan y se diluyen a un litro, cuya solución deberá dar un pH de 12.

c) PROCEDIMIENTO.

A 25 ml de la muestra de agua, agregar 25 ml de agua destilada, añadirle 5 ml de solución buffer (1) o un ml de solución buffer (2), unos 50 mgs de Indicador, agitar, obteniéndose un color rojo vino, titular con EDTA 0.01 M hasta coloración azul claro.

d) CALCULOS.

Para efectuar los cálculos de las siguientes determinaciones, se utiliza como base la siguiente fórmula y se expresa en p.p.m. (partes por millón) o mg/lt de la siguiente manera:

Fórmula Núm.1

$$\text{mg/lt} = \frac{M \times \text{ml} \times \text{milimol} \times 1000 \times 1000}{25 \text{ (alícuota)}}$$

En donde:

M = Molaridad de la solución de EDTA.

ml = mililitros gastados de la solución valorada de EDTA.

Dureza Total en p.p.m. como CaCO₃

Para obtener las p.p.m. de la Dureza Total como CaCO₃, se utiliza la fórmula núm. 1, en donde el milimol correspondiente a CaCO₃ es 0.1

Y simplificando la fórmula núm.1 nos queda:
p.p.m. = ml gastados de EDTA x Factor

En donde:

$$\text{Factor} = \frac{\text{M} \times \text{milimol} \times 1000 \times 1000}{\text{alícuota}}$$

2.- CALCIO Y MAGNESIO

a) CONSIDERACIONES GENERALES.

Las sales de calcio y magnesio son las causas más frecuentes de la dureza y afectan vitalmente las propiedades incrustantes o corrosivas de un agua.

El método que se usa es por Complejometría. La disolución que contiene a la muestra se alcaliniza con solución de NaOH 2 M; en donde se precipita el Mg como Mg(OH)₂, quedando la solución alcalina, lo que favorece que la murexida al disociarse forme el complejo rosado púrpura (Ca-murexida) inestable, por lo que es necesario efectuar de inmediato la titulación.

Para la determinación del Magnesio, se recurre a la medición del calcio y restando ésta a la Dureza Total se obtiene el Magnesio, lo que generalmente da buenos resultados porque la mayor parte de la dureza corresponde a estos dos iones.

b) REACTIVOS NECESARIOS.

1) Solución de EDTA 0.01 M

2) Indicador para Calcio.

Mezcla sólida de 0.5% de Murexida en NaCl.

3) Solución de NaOH al 8%

80 g de NaOH disueltos en un litro de agua.

c) PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACION DEL CALCIO.

Se toman 25 ml de la muestra, se diluyen en 25 ml de agua destilada, se le añade un ml de solución de NaOH al 8% y unos 50 mes del indicador murexida y se titula con EDTA hasta coloración óiru-ra.

d) CALCULOS.

Calcio en p.p.m.

Para obtener las p.p.m. del calcio, se utiliza la fórmula núm 1, en donde el milimol correspondiente al calcio es 0.040.

Y simplificando la fórmula núm. 1 nos queda:

$$\text{p.p.m.} = \text{ml gastados de EDTA} \times F$$

Magnesio en p.p.m.

Para obtener las p.p.m. del magnesio, se utiliza la fórmula - núm 1, en donde el milimol correspondiente al magnesio es 0.0243.

Y simplificando la fórmula núm 1, nos queda:

$$\text{p.p.m.} = (\text{ml gastados de EDTA en la Dureza Total} - \text{ml gastados de EDTA en la determinación del Ca}) \times F$$

3.- ALCALINIDAD.

a) CONSIDERACIONES GENERALES.

Las alcalinidad de las aguas naturales se debe principalmente a las sales de ácidos débiles, también a las bases débiles y fuertes, - y a los bicarbonatos y carbonatos que se forman por la acción del - CO₂ sobre materiales básicos que se encuentran en el suelo.

Las aguas muy alcalinas no son aceptables para el abastecimiento público, teniendo que ser sometido a tratamiento para su uso.

La alcalinidad se determina por titulación, con una solución va-
lorada de un ácido mineral fuerte a los puntos sucesivos de equiva-
lencia de bicarbonatos y de carbonatos por medio de indicadores. (13)

b) REACTIVOS NECESARIOS.

1) Anaranjado de Metilo.

Se disuelve 0.1 g de Anaranjado de Metilo en 100 ml de agua caliente.

2) Acido Clorhídrico 0.05 N.

Se disuelven 4.0 ml de HCl densidad 1.19 g/lt en un litro de agua.

c) PROCEDIMIENTO.

Se colocan en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, 25 ml de la muestra, se agrega como indicador Anaranjado de Metilo y se titula con solución de HCl 0.05 N hasta coloración naranja.

d) CALCULOS.

Para obtener las p.p.m. o mg/lt de la Alcalinidad Total como CaCO_3 , se utiliza la siguiente fórmula:

$$\text{mg/lt} = \frac{\text{ml} \times \text{meq} \times \text{N} \times 1000 \times 1000}{25 \text{ (alícuota)}}$$

En donde:

N = Normalidad de la solución de HCl.

ml = mililitros gastados de la solución valorada de HCl.

meq = miliequivalente del CaCO_3 que es 0.050.

Y simplificando se reduce a:

$$\text{p.p.m.} = \text{ml de HCl} \times \text{Factor.}$$

En donde:

$$F = \frac{\text{N} \times \text{meq} \times 1000 \times 1000}{\text{alícuota}}$$

4.- CONDUCTIVIDAD ELECTRICA.

a) CONSIDERACIONES GENERALES.

El método es electrométrico y es una medida de la capacidad para conducir la corriente eléctrica, relacionándola con la concentración total de las sales ionizadas en el agua.

Las mediciones de la conductividad, proporcionan una idea de las porciones alícuotas que es necesario tomar para las determinaciones químicas comunes.

Con frecuencia se puede estimar la cantidad de materia disuelta en una muestra de agua.

b) APARATOS.

Puente de Conductividad Eléctrica de Wheaststone Solu-Bridge , Soli Tester RD-26, con celda de pipeta.

Termómetro escala 0 a 100°C.

c) PROCEDIMIENTO.

Después de calentar de 5 a 10 min, el conductímetro con su electrodo de inmersión en agua destilada, obtener la temperatura de la muestra de agua y marcarla en el aparato con el botón de la escala de temperatura y estandarizarlo a cero con el botón de conductividad usando agua destilada. Introducir el electrodo en la muestra de agua, metiéndolo y sacándolo varias veces para que se deslojen las burbujas de aire de su interior y no se altere la lectura, y estando sumergido el electodo, se ajusta el botón de conductividad hasta el punto de balance.

d) CALCULOS.

Para obtener la Conductividad Eléctrica en micromhos-cm⁻¹, se toma la lectura que indica la escala de conductividad y éste valor se multiplica x 1000.

En donde:

Ω = Conductividad Eléctrica.

Ω en micromhos/cm = Lectura del Aparato en mili-mhos/cm x 1000

Note: Todas las lecturas de conductividad están referidas a una temperatura de 25°C, a la que se hace el ajuste.

5.- RESULTADOS OBTENIDOS DE LOS ANALISIS ANTERIORES.

Tabla 4.-

DUREZA TOTAL

Muestra Núm	ml gastados	p.p.m. de CaCO_3	ml gastados	p.p.m. de CaCO_3
1	1.65	66	1.7	60
2	1.90	78	2.0	80
3	1.80	72	1.4	56
4	1.55	62	1.4	56
5	1.75	70	2.0	80
6	2.10	84	2.15	86
7	1.90	76	2.0	80
8	1.35	54	1.25	50
9	1.70	68	2.0	80
10	1.60	64	1.8	72
11	1.45	58	1.5	60
12	1.60	64	2.0	80
13	0.55	22	0.5	20
14	1.75	70	1.7	68
15	1.0	40	0.9	36
16	1.3	52	1.4	56
17	1.10	44	1.5	60
18	1.30	52	1.4	56
19	1.25	50	1.2	48
20	1.65	66	1.8	72

Los resultados de la tercera columna se obtuvieron utilizando la solución buffer núm 1 y los resultados de la quinta columna se obtuvieron utilizando la solución buffer núm 2.

Table 5.-

DETERMINACION DEL CALCIO.

Muestra Núm	ml gastados	p.p.m. de Ca
1	1.6	25.6
2	1.65	26.4
3	1.0	16.0
4	1.25	20.0
5	1.40	22.4
6	1.65	26.4
7	1.75	28.0
8	1.20	19.2
9	1.25	20.0
10	1.45	22.8
11	1.30	20.8
12	1.50	24.0
13	0.35	5.6
14	1.25	20.0
15	0.7	11.2
16	1.25	20.0
17	0.75	12.0
18	1.15	18.4
19	0.7	11.2
20	1.35	21.6

Tabla 6.-

DETERMINACION DE MAGNESIO

Muestra Núm	ml gastados		ml x 9.72	ml gastados		ml x 9.72
	D.T. - Ca = Mg		p.p.m. de Mg	D.T. - Ca = Mg		p.p.m. de Mg
1	1.65 - 1.6	=0.05	0.5	1.7 - 1.6	=0.1	1.0
2	1.90 - 1.65	=0.25	2.4	2.0 - 1.65	=0.25	3.4
3	1.80 - 1.0	=0.80	7.7	1.4 - 1.0	=0.40	3.9
4	1.55 - 1.25	=0.30	2.9	1.4 - 1.25	=0.15	1.5
5	1.75 - 1.4	=0.35	3.4	2.0 - 1.4	=0.60	5.8
6	2.10 - 1.65	=0.45	4.4	2.15 - 1.65	=0.50	4.9
7	1.90 - 1.75	=0.15	1.5	2.0 - 1.75	=0.25	2.4
8	1.35 - 1.20	=0.15	1.5	1.25 - 1.20	=0.05	0.5
9	1.70 - 1.25	=0.45	4.4	2.0 - 1.25	=0.75	7.3
10	1.60 - 1.45	=0.15	1.5	1.8 - 1.45	=0.35	3.4
11	1.45 - 1.30	=0.15	1.5	1.5 - 1.30	=0.20	1.9
12	1.60 - 1.50	=0.10	1.0	2.0 - 1.50	=0.50	4.9
13	0.55 - 0.35	=0.20	1.9	0.50 - 0.35	=0.15	1.5
14	1.75 - 1.25	=0.50	4.9	1.70 - 1.25	=0.45	4.4
15	1.0 - 0.70	=0.30	2.9	0.90 - 0.70	=0.20	1.9
16	1.30 - 1.25	=0.05	0.5	1.40 - 1.25	=0.15	1.5
17	1.10 - 0.75	=0.35	3.4	1.5 - 0.75	=0.75	7.2
18	1.30 - 1.15	=0.15	1.5	1.4 - 1.15	=0.25	2.4
19	1.25 - 0.70	=0.55	5.3	1.2 - 0.70	=0.50	4.9
20	1.65 - 1.35	=0.30	2.9	1.8 - 1.35	=0.45	4.4

Los resultados de la tercera columna se obtuvieron utilizando la solución buffer núm 1 y los resultados de la quinta columna se obtuvieron utilizando la solución buffer núm 2.

Tabla 7.-

CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

Muestra Núm	Lectura del Aparato milimhos cm^{-1} a 25°C	micromhos cm^{-1}
1	0.36	360
2	0.37	370
3	0.25	250
4	0.21	210
5	0.24	240
6	0.27	270
7	0.40	400
8	0.25	250
9	0.19	190
10	0.26	260
11	0.25	250
12	0.31	310
13	0.10	100
14	0.25	250
15	0.18	180
16	0.23	230
17	0.15	150
18	0.23	230
19	0.16	160
20	0.24	240

Tabla 3.-

ALCALINIDAD
como CaCO_3

Muestra Núm	ml gastados	p.p.m. de CaCO_3
1	1.4	140
2	1.45	145
3	1.0	100
4	0.9	900
5	1.0	100
6	1.15	115
7	1.6	160
8	1.05	105
9	0.9	90
10	0.9	90
11	0.9	90
12	1.9	190
13	0.60	60
14	0.90	90
15	0.70	70
16	0.95	95
17	0.15	15
18	0.90	90
19	0.70	70
20	1.10	110

CAPITULO VI

ANALISIS DE SULFATOS POR EL METODO COMPLEJOMETRICO.

- 1.-DISCUSION GENERAL.
- 2.-REACTIVOS.
- 3.-PROCEDIMIENTO.
- 4.-CALCULOS
- 5.-RESULTADOS.

1.- DISCUSION GENERAL.

El método consiste en precipitar los sulfatos, con una solución valorada y en exceso de $BaCl_2$; y titular el exceso con una solución valorada de EDTA, usando como indicador el Eriocromo T. Para apreciar mejor el punto final, se agrega un volumen medido de solución valorada de magnesio. El punto final es el cambio de color del rojo vino al azul. (8)

2.- REACTIVOS.

- 1) Solución de Acido Clorhídrico 0.05 N.
- 2) Solución de $BaCl_2$ 0.01 M.
Se mezclan 2.0821 g de $BaCl_2$ anhidro en un litro de agua.
- 3) Solución EDTA 0.01 M.
- 4) Solución Buffer Núm. 1
- 5) Solución Buffer Núm. 2
- 6) Indicador.
Se mezclan 0.5% de Eriocromo T en NaCl.

7) Solución de $Mg(C_2H_3O_2)_2 \cdot 4H_2O$ 0.01 M

Se disuelven 2.1470 g de $Mg(C_2H_3O_2)_2 \cdot 4 H_2O$ en un litro de agua.

3.- PROCEDIMIENTO

En un matraz Erlenmeyer de 250 ml, agregar 25 ml de cada una de las muestras diluyendo a 50 ml con Agua Destilada, añadiendo después 2 ml de HCl 0.05 N calentando a ebullición, añadir 5 ml de solución de $BaCl_2$ 0.01 M y 5 ml de solución reguladora, calentar a ebullición, dejar enfriar una hora, agregar una pizca de Eriocromo T y 1 ml de solución de Magnesio y titular con EDTA hasta coloración azul claro.

4.- CALCULOS

Para determinar Sulfatos Complejométricos, éstos se expresan en mg/lt o p.p.m. tenemos que:

$$p.p.m. = (D+B+M-T) \times 0.96 \times \frac{1000}{25(\text{alícuota})}$$

simplificando

$$p.p.m. = (D+6-T) \times F$$

En donde:

D = ml gastados de la dureza total.

B = 5 ml de $BaCl_2$ agregados a la muestra de agua.

M = 1 ml de solución de Mg agregado a la muestra de agua.

T = ml gastados de EDTA utilizados para la titulación del ión Bario, además del ión Magnesio y Sulfatos.

Tabla 9.- RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE SULFATOS
POR EL METODO COMPLEJOMETRICO.

Muestra Núm.	(D+B+M-T) x 38.4	p.p.m.
1	(1.65 + 6.0 - 7.1) x 38.4	21.1
2	(1.90 + 6.0 - 7.35)x 38.4	21.1
3	(1.80 + 6.0 - 7.5)x 38.4	11.5
4	(1.55 + 6.0 - 7.4) x 38.4	5.8
5	(1.75 + 6.0 - 7.5) x 38.4	9.6
6	(2.10 + 6.0 - 7.8) x 38.4	11.5
7	(1.90 + 6.0 - 7.2) x 38.4	26.9
8	(1.35 + 6.0 - 7.15)x 38.4	7.7
9	(1.70 + 6.0 - 7.65)x 38.4	1.9
10	(1.60 + 6.0 - 7.35)x 38.4	9.7
11	(1.45 + 6.0 - 7.0) x 38.4	17.3
12	(1.60 + 6.0 - 7.35)x 38.4	9.7
13	(0.55 + 6.0 - 6.45)x 38.4	3.8
14	(1.75 + 6.0 - 7.4)x 38.4	13.4
15	(1.0 + 6.0 - 6.8)x 38.4	7.7
16	(1.3 + 6.0 - 7.1)x 38.4	7.7
17	(1.10 + 6.0 - 6.3)x 38.4	30.7
18	(1.30 + 6.0 - 7.2)x 38.4	3.8
19	(1.25 + 6.0 - 7.15)x 38.4	3.8
20	(1.65 + 6.0 - 7.5)x 38.4	5.8

Estos resultados se obtuvieron con la solución Buffer núm.1.

Tabla 10.- RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE SULFATOS POR EL METODO COMPLEJOMETRICO.

Muestra Núm.	(D+E+M-T) x 38.4	p.p.m.
1	(1.65 + 6.0 - 6.8) x 38.4	34.6
2	(1.90 + 6.0 - 7.3) x 38.4	26.9
3	(1.40 + 6.0 - 7.25) x 38.4	5.8
4	(1.40 + 6.0 - 6.8) x 38.4	23.0
5	(2.0 + 6.0 - 6.9) x 38.4	42.2
6	(2.15 + 6.0 - 7.3) x 38.4	32.6
7	(2.0 + 6.0 - 6.5) x 38.4	57.6
8	(2.25 + 6.0 - 6.65) x 38.4	61.4
9	(2.0 + 6.0 - 7.2) x 38.4	30.7
10	(1.8 + 6.0 - 6.45) x 38.4	51.8
11	(1.5 + 6.0 - 6.0) x 38.4	57.6
12	(2.0 + 6.0 - 7.0) x 38.4	38.4
13	(0.5 + 6.0 - 2.0) x 38.4	172.8
14	(1.7 + 6.0 - 7.5) x 38.4	7.7
15	(0.9 + 6.0 - 5.8) x 38.4	42.2
16	(1.4 + 6.0 - 6.4) x 38.4	38.4
17	(1.5 + 6.0 - 4.75) x 38.4	105.6
18	(1.4 + 6.0 - 6.2) x 38.4	46.1
19	(1.2 + 6.0 - 6.0) x 38.4	46.1
20	(1.8 + 6.0 - 6.5) x 38.4	49.9

Estos resultados se obtuvieron con la solución Buffer núm. 2 .

TABLA GENERAL DE RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS EFECTUADOS.

Número de muestra	LOCALIZACION	Cond. $\frac{\mu\text{hos}}{\text{cm}} 25^{\circ}\text{C}$	SO_4			MILIGRAMOS POR LITRO			Dureza		Alcalinidad
			$\frac{\text{p.p.m.}}{\text{p.p.m.}}$	$\frac{\text{p.p.m.}}{\text{p.p.m.}}$	$\frac{\text{p.p.m.}}{\text{p.p.m.}}$	Ca ⁺⁺	Mg ⁺⁺	Mg ⁺⁺	#	#	
I	Muñoz y Garcidiego.	360	23.0	21.10	34.60	25.6	0.5	1.0	66	68	140
2	Colonia Atlas.	370	23.0	21.10	26.9	26.4	2.4	3.4	78	80	145
3	Caja del Agua.	250	14.0	11.5	5.8	16.0	7.7	3.9	72	56	100
4	Alameda lado Norte.	210	9.0	5.8	23.0	20.0	2.9	1.5	62	56	90
5	Vasco de Quiroga.	240	12.0	9.6	42.2	22.4	3.4	5.8	70	80	100
6	P. de Alvarez y L. de Grifalva.	270	12.0	11.5	32.6	26.4	4.4	4.9	84	86	115
7	Av. Juárez frente Int. Damián C.	400	28.5	26.9	57.6	28.0	1.5	2.4	76	80	160
8	Fray Toribio Benavente.	250	8.0	7.7	61.4	19.2	1.5	0.5	54	50	105
9	Tlaxcala.	190	2.5	1.9	30.7	20.0	4.4	7.3	68	80	90
10	Tláloc.	260	11.5	9.7	51.8	23.2	1.5	3.4	64	72	90
11	Xicótecatl y Fernando Rosas.	250	18.5	17.3	57.6	20.8	1.5	1.9	58	60	90
12	Central de Abastos.	310	10.0	9.7	38.4	24.0	1.0	4.9	64	80	190
13	Plaza de Fundadores.	100	5.0	3.8	172.8	5.6	1.9	1.5	22	20	60
14	V. Amador y San Jázaro.	250	15.0	13.4	7.7	20.0	4.9	4.4	70	68	90
15	Caoba y Oyamel.	180	10.0	7.7	42.2	11.2	2.9	1.9	40	36	70
16	Zona Residencial Orquídea.	230	9.0	7.7	38.4	20.0	0.5	1.5	52	56	95
17	Los Filtros.	150	33.0	30.7	105.6	12.0	3.4	7.2	44	60	150
18	Carretera Central Km. I I/2	230	7.0	3.8	46.1	18.4	1.5	2.4	52	56	90
19	3a. Calle Col. San Luis y M.J. Othón	160	4.0	3.8	46.1	11.2	5.3	4.9	50	48	70
20	Colonia Guanos.	240	7.5	5.8	49.9	21.6	2.9	4.4	66	72	110

T = Turbidimétrico.

C = Complejométrico.

* = Utilizando Sol. Buffer núm I.

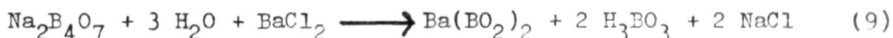
" " " " 2.

CAPITULO VII

DISCUSION DE RESULTADOS.

Los resultados de los análisis complejométricos efectuados, utilizando la solución buffer núm. 2, presentan diferencias muy grandes, - con respecto a los resultados obtenidos por el método turbidimétrico. Estas variaciones fueron probablemente debidas al uso de la antes mencionada solución buffer, ya que en su preparación incluye algunos compuestos que probablemente, reaccionen con la solución de bario agregada.

Posteriormente confirmamos esta suposición, ya que los boratos en soluciones medianamente concentradas, forman un precipitado blanco de metaborato de bario $Ba(BO_2)_2 \cdot (16)$



Debido a que los resultados no fueron satisfactorios, se vió la - necesidad de efectuar otra determinación de sulfatos en las mismas - muestras, utilizando la solución buffer núm. 1, la cual no presentó - interferencia con la sal de bario; se hizo más clara la visibilidad - del punto final y se efectuó la comparación de los resultados de la Tabla núm. con los sulfatos turbidimétricos, en los que presentó una mayor aproximación y se vió que los resultados fueron un poco más satisfactorios.

CAPITULO VIII
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

Las muestras que se analizaron, pertenecen a los 20 pozos de A - bastecimiento de Aguas de la ciudad de San Luis Potosí, ya menciona - dos.

De acuerdo con los dos métodos que se mencionaron en los capítu - los IV y VI, se llegaron a las siguientes conclusiones:

- 1.- Al efectuar este trabajo, se logró el objetivo del mismo para - ver cuál era el más recomendable para analizar los sulfatos en las a - guas naturales.
- 2.- El método turbidimétrico resultó ser el más rápido y adecuado, te - niendo extensas aplicaciones, puesto que muestras de concentraciones de sulfatos mayores de 50 p.p.m. pueden ser analizadas, tomando peque - ñas porciones y diluyéndolas al volumen de las muestras recomendadas.
- 3.- En este método sólo puede haber interferencias en el color o ma - teria suspendida, en las muestras que fueron analizadas, no se presen - tó ninguna interferencia, ya que estas no tenían color, ni turbidez.

Dado que la turbidez causada por el sulfato de bario es difícil de reproducir, deben seguirse al pie de la letra las siguientes reco - mendaciones:

- a) Hacer el trabajo rápida y metódicamente de modo que cada muestra sea preparada en condiciones semejantes.

b) Controlar la concentración de los reaccionantes y la turbidez y el tiempo de reacción. De no observarse estas precauciones, resultará un grave error experimental.

Se construye una curva de calibración haciendo uso de las cinco soluciones patrón. En caso de utilizar un colorímetro, se grafica la transmitancia frente a la concentración de sulfatos, en papel semilogarítmico.

El método complejométrico aunque representa una novedad en cuanto a la determinación de sulfatos. No es aplicable para efectuar esta determinación en aguas naturales, ya que requiere bastante tiempo por las manipulaciones que se efectúan. Por otra parte el punto final o el punto de vire no es fácilmente perceptible, lo que ocasiona frecuentes errores en la determinación.

Sin embargo, se pueden obtener resultados aceptables, si se siguen las siguientes recomendaciones:

- a) Eliminar las posibles interferencias.
- b) Controlar el pH.
- c) Emplear una cantidad mínima del indicador para observar mejor el cambio de color.
- d) Repetir la titulación varias veces hasta concordancia de las lecturas.
- e) Como esta reacción no ocurre con rapidez, es necesario titular lentamente en la proximidad del punto final.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- APHA,AWWA,WPCF.- Standard Methods for the Examination of --
Water and Wastewater, IIa. Ed, 1960,626 p.
- 2.- AYRES,GILBERT H.- Análisis Químico Cuantitativo, Editorial -
Continental, S.A. Ia. Ed, México 1970, 740p
- 3.- BERMEOJO MARTINEZ,F.- Tratado de Química Analítica Cuantitativ
va. Imprenta del Seminario Conciliar, -
Santiago de Compostela, España 1958,1079
p.
- 4.- BRUMBLAY, RAY U.- Análisis Químico Cuantitativo, Compañía E-
ditorial Continental S.A. Ia. Ed, México -
1969, 290 p.
- 5.- DANIELS,F. Y ALBERTY R.- Fisicoquímica, Editorial Continen -
tal S.A. IIa. Ed, México 1971, 486p
- 6.- EWING, GALEN W.- Instrumental Methods of Chemical Analysis,-
Editorial Mc Grawhill-Kogakusha, México --
1969, 450 p.
- 7.- FISCHER, ROBERT B.- Compendio de Análisis Químico Cuantitativ
vo, Editorial Interoamericana, México --
1971, 480 p.
- 8.- JACKSON,ML.- Análisis Químico de los Suelos, Barcelona Omega
1964, 480 p.
- 9.- JUAREZ,C. Y ROCHIN,C.- Química, Imprenta Arana, Ia. Ed,Méxi-
co, 1965, 500 p.

- 10.- KIRK, RAYMOND E. Y OTHMER, DONALD F.- Enciclopedia de la Tecnología Química, Editorial Hispano-Americana- Vol 5, México 1962.
- 11.- OROZCO FERNANDO.- Análisis Químico Cuantitativo, Editorial- Porrúa.
- 12.- "QUIMICA".- Órgano de la Escuela de Ciencias Químicas de la U.A.S.L.P., Revista Cultural Informativa, Año I, Vol I, Mayo-Junio Núms. II y I2, 1960
- 13.- SECRETARIA DE RECURSOS HIDRAULICOS.- Manual del Curso de: - Análisis de Aguas y Aguas de desecho, 2a Ed, Vol I, sf. 189 p.
- 14.- SKOOG, DOUGLAS A. Y WEST, DONALD M.- Análisis Instrumental. - Editorial Interoamericana, 1a. Ed, México 1975 718 p.
- 15.- SKOOG, DOUGLAS A. Y WEST, DONALD M.- Introducción a la Química Analítica, Editorial- Reverté, Argentina 1969, 589 p.
- 16.- VOGEL, ARTUR I.- Química Analítica Cuantitativa, Editorial - Kapelus, S.A. 2a. Ed, Vol. II, Buenos Aires 1969, 830 p.
- 17.- WILLARD, H., MERRIT, L., Y DEAN J.- Métodos Instrumentales de Análisis, Editorial Continental, S.A. 7a. Ed, México 1975, 964 p.