

UNIVERSIDAD INTERAMERICANA  
INCORPORADA A LA U.N.A.M.  
ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS

DISCUSION SOBRE METODOS CUANTITATIVOS  
DE CLORUROS EN AGUAS INDUSTRIALES.

TESIS PARA OPTAR EL TITULO DE QUIMICO

LUIS ANTONIO KOURCHENKO MARTINEZ

1961



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Este es mi precepto: que os améis unos a otros como yo os he amado. Nadie tiene mayor amor que este de dar uno la vida por sus amigos. Vosotros sois mis amigos si haceis lo que os mando. Ya no os llamo siervos porque el siervo no sabe lo que hace su señor; pero os digo amigos, porque todo lo que oí de mi Padre os lo he dado a conocer.

San Juan 15, 12 - 15

A mis padres, Nicolás Kourchenko B. y Alicia M. de Kourchenko,  
con todo mi cariño y agradecimiento.

A mis hermanos, Nicolás y Gloria.

Al Rev. Padre Bourton Bloms O.S.B.

A mis maestros, compañeros y amigos

Al personal de Proveedores Técnicos S.A. por su ayuda para reali-  
zar este trabajo

A la Srta. Química Elvira Valadez con agradecimiento

## CONTENIDO.

INTRODUCCION .

- I).- IMPORTANCIA DEL CUANTEO DE CLORUROS EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS INDUSTRIALES.
- II).- TEORIA SOBRE LOS METODOS.
- III).- PARTE EXPERIMENTAL.
- IV).- CONCLUSIONES.
- V).- BIBLIOGRAFIA.

## INTRODUCCION.

El objeto del siguiente trabajo es relacionar tres métodos cuantitativos de cloruros empleados en el análisis de aguas industriales, ver cuál es el más adecuado en cada caso y obtener el error de cada uno de ellos.

Para su desarrollo no se utilizó ningún aparato especial de precisión sino que se empleó material común de laboratorio. Esto se hizo con el objeto de que este trabajo sea de beneficio para cualquier tipo de laboratorio. El único aparato especial de precisión usado fue la balanza Fijn Mechanische Industrie, "Eckker's Sons", N.V. Brummen, para la preparación de las soluciones estandar.

Esta se usó por ser un trabajo de investigación, pero no se necesita para el trabajo normal de laboratorio; ya que cualquier balanza analítica puede ser empleada.

CAPITULO I

IMPORTANCIA DEL CUANTRO DE CLORUROS EN EL TRATAMIENTO  
DE AGUAS INDUSTRIALES.



## IMPORTANCIA DEL CUANTEO DE CLORUROS EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS INDUSTRIALES.

El agua es un factor determinante en la localización industrial, ya sea la cantidad en que se encuentre, como por la cantidad de la misma. La cantidad del agua está dada tanto por los sólidos en suspensión como por los sólidos disueltos que contenga.

Se entiende por sólidos disueltos las sales solubles que lleve el agua y por sólidos en suspensión las sales insolubles que arrastra, los cuales pueden ser materia orgánica, o bien materia inorgánica como  $\text{SiO}_2$  y otras sales insolubles.

El agua puede ser dañina al producto elaborado o al equipo que se emplea en el proceso.

El agua es perjudicial al producto terminado cuando las sales que contiene interfieren en las reacciones del proceso, o se quede como impureza en el producto terminado.

Es dañina al equipo principalmente a causa de corrosión e incrustación. Los causantes de corrosión son el  $\text{O}_2$ ,  $\text{CO}_2$  y en ocasiones ácidos disueltos; los de incrustación se deben a los silicatos y a los cationes  $\text{Ca}$  y  $\text{Mg}$  que reaccionan con aniones formando sales insolubles.

El tratamiento de aguas, según donde se aplique se divide

sólidos que pueden existir disueltos en un agua de caldera y que están en relación con la presión a la cual esté funcionando. Dichos límites están dados principalmente por la American Boiler Manufacturers Association (ABMA) ; y por Hall Laboratories.

Según la ABMA:

lb/in <sup>2</sup>	Kg/cm <sup>2</sup>	ppm
0 - 300	0.00 - 21.09	3500
301 - 450	21.66 - 31.64	3000
451 - 600	31.71 - 42.18	2500
601 - 750	42.25 - 52.73	2000
751 - 900	52.80 - 63.28	1500
901 - 1000	63.35 - 70.31	1250
1001 - 1500	70.38 - 105.46	1000

Se entiende por partes por millón (ppm.) una unidad comúnmente usada en análisis de aguas cuya equivalencia es :

$$1 \text{ ppm.} = 1 \text{ mgr/lt.}$$

Según Hall Laboratories :

Calderas que operen a presión igual o menor de 1000  $\frac{\text{lb}}{\text{in}^2}$  (70.31 Kg/cm<sup>2</sup>) deben contener una cantidad de sólidos totales disueltos que se obtienen mediante la siguiente fórmula :

$$\text{STD} = 3500 - 2.5 p$$

Calderas que operen a más de 1000 lb/in<sup>2</sup> (70.31 Kg/cm<sup>2</sup>) usarán la siguiente fórmula :

$$\text{STD} = 2000 - 2.5 p$$

En estos casos p representa la presión a la cual trabaja la caldera expresada en lb/in<sup>2</sup>.

Los Sólidos Totales Disueltos (STD) se regulan por medio

de purgas y el porcentaje de purga puede ser controlado por el cuanteo de cloruros y con la ayuda de la siguiente fórmula :

$$\frac{\text{cloruros en alimentación}}{\text{cloruros en la caldera}} \times 100 \quad \% \text{ de purga.}$$

En el empleo de dicha fórmula se tienen que tomar en cuenta los siguientes factores :

1).- El porcentaje de purga se refiere a cualquier agua que sale de la caldera. Por lo tanto, está en estrecha relación con cualquier arrastre de sólidos por el vapor.

2).- La determinación de cloruros en el agua de alimentación debe ser un promedio, sobre todo si dicha agua es variable en su contenido de cloruros.

3).- Donde se use un ablandador a base de zeolita, se debe hacer un enjuague completo después de la regeneración; de otra manera el contenido de cloruros en el agua de alimentación será muy grande, debido a que el reactivo usado para la regeneración es generalmente Cloruro de Sodio.

4).- Cuando en el agua de alimentación el contenido de cloruros son del orden 0.5 a 1.0 ppm., no se deben tomar en cuenta para los cálculos, ya que un pequeño error analítico dará un error muy grande en el porcentaje de purga calculado.

Otro uso del cuanteo de cloruros es poder conocer el porcentaje de agua de repuesto que se encuentre presente en el agua de repuesto, en el condensado y en el agua de alimentación de la caldera. El contenido de cloruros de un condensado puro deberá ser "cero". Asumiendo un condensado puro, 4ppm. en el agua de alimentación y 10 ppm. en el agua de repuesto, entonces el contenido de cloruros del agua de alimentación es el 40% del contenido de cloruros del agua de repuesto.

ruros del agua de repuesto. Por lo tanto, el agua de alimentación contiene 40 % de agua de repuesto y 60 % de condensado.

Por lo general en la industria nunca se tratan de eliminar los cloruros. Sin embargo, para uso de algunas industrias específicas tales como las que emplean agua para el recubrimiento de espejos a base de plata, los cloruros pueden depositar plata en forma de Cloruro de Plata. En casos como este, los cloruros pueden ser eliminados por medio de unidades intercambiadoras de iones.

Para aguas potables, el contenido máximo de cloruros es de 250 ppm. según The United States of Public Health Service Drinking Water Standards.

CAPITULO II

TEORIA SOBRE LOS METEOROS.

## TEORIA SOBRE LOS METODOS.

En este capítulo se explicará la teoría de los métodos que se han comparado en este trabajo, los cuales son:

- 1).- Método de Volhard.
- 2).- Método de Mohr.
- 3).- Método tentativo de Nitrato Mercúrico.

Método de Volhard.

- 1).- Generalidades.

Principio.- El método consiste en añadir Nitrato de Plata en exceso a una solución acidulada para precipitar los cloruros.

El exceso de Nitrato de Plata se titula con Sulfocianuro de Potasio en presencia de iones férricos y Nitrobenceno.

La función del Nitrobenceno es permitir la titulación del exceso de Nitrato de Plata sin necesidad de eliminar el precipitado de Cloruro de Plata formado anteriormente. Esto es posible porque Nitrobenceno tiene la propiedad de arrastrar al fondo del recipiente el precipitado de Cloruro de Plata impidiendo así su interferencia en el método.

Interferencias.- Los yoduros y bromuros se registran como equivalentes de los cloruros. Los sulfuros interfieren en

2).- Material

- 1 Matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- 1 Matraz Aforado de 1000 ml.
- 1 Matraz Aforado de 500 ml.
- 1 Matraz Aforado de 100 ml.
- 1 Bureta Automática de 50 ml.
- 1 Pipeta Graduada de 5 ml.
- 1 Pipeta Volumétrica de 1 ml.
- 1 Probeta de 100 ml.
- 1 Probeta de 50 ml.

3).- Reactivos.

a).- Solución Estandar de Cloruro de Sodio 0.0141N

Se disuelven 0.8243 gr. de Cloruro de Sodio, que hayan sido fundidos a 900 C durante media hora, en 500 ml. de agua destilada. De esta solución se toman 50 ml. y se aforan a 1000 ml. Cada ml. de esta solución contiene 0.5 mgr. de Cloro.

Peso Molecular del Cloruro de Sodio = 58.454

Peso de Cloro = 35.457

Normalidad de la solución = 0.0141

$$\frac{58.454 \text{ gr.}}{1 \text{ N}} = \frac{X}{0.0141 \text{ N}} \quad ; \quad X = 0.8243 \text{ gr.}$$

$$\frac{58.454 \text{ gr}}{35.457 \text{ gr}} = \frac{0.8243 \text{ gr}}{X} \quad ; \quad X = 0.5000 \text{ gr.}$$

$$\frac{0.5000 \text{ gr}}{1000 \text{ ml}} = 0.0005 \text{ gr/ml} = 0.5 \text{ mgr/ml.}$$

b).- Solución Estandar de Nitrato de Plata 0.0141

N. Se disuelven 2.396 gr. de Nitrato de Plata en agua destilada y se afora a 1000 ml. Cada ml. equivale a 0.5 mgr. de Cloro.

Peso Molecular del Nitrato de Plata = 169.888

Peso Molecular del Cloruro de Sodio = 58.454

Normalidad de la solución = 0.0141

$$\frac{169.888 \text{ gr}}{1 \text{ N}} = \frac{X}{0.0141 \text{ N}} \quad ; \quad X = 2.396 \text{ gr}$$

$$\frac{169.888 \text{ gr}}{58.454 \text{ gr}} = \frac{2.396 \text{ gr}}{X} \quad ; \quad X = 0.8243 \text{ gr}$$

$$\frac{58.454 \text{ gr}}{35.454 \text{ gr}} = \frac{0.8243 \text{ gr}}{X} \quad ; \quad X = 0.0005 \text{ gr}$$

$$0.0005 \text{ gr} = 0.5 \text{ mgr}$$

c).- Solución de Sulfocianuro de Potasio.- Se disuelven 2 gr de Sulfocianuro de Potasio en agua destilada y se afora a 1000ml. Esta solución se titula usando el método descrito en el párrafo 4 tomando 10 ml de Nitrato de Plata y llevándolos a un volumen de 100 ml con agua destilada. Determinar el factor F que relaciona los mls. de Sulfocianuro de Potasio a mls de Nitrato de Plata por medio de la siguiente fórmula :

$$\frac{\text{ml AgNO}_3}{\text{ml KSCN}} = F$$

d).- Solución de Acido Nítrico 1:1.- Se hierve la solución y se guarda en frasco de tapón esmerilado.

e).- Solución de Sulfato Férrico-Potásico.- Se disuelven 25 gr de la sal en 100 ml de agua destilada.

f).- Nitrobenceno.

4).- Procedimiento.

Se toman 100 ml de muestra o una alícuota aforada a 100 ml. Se añaden 5 ml de la solución de Acido Nítrico y se titula con solución de Nitrato de Plata hasta un exceso de mas o menos 2 ml. Se agregan 3 ml de Nitrobenceno y un ml. de Sulfato Férrico Potásico y se agita vigorosamente para coagular el precipitado



tado. El exceso de Nitrato de Plata se titula con Sulfocianuro de Potasio agitando después de cada adición hasta que un color rojizo permanezca durante 5 min. después de la agitación.

El Nitrobenceno se añade para evitar la filtración después de precipitar el Cloruro de Plata, el cual enturbia la solución, pues es arrastrado al fondo del recipiente por el Nitrobenceno.

5).- Cálculo.

$$\text{ppm Cl} = \frac{(\text{ml AgNO}_3 - \text{ml KSCN} \times F) N \text{ AgNO}_3 \times 35.46 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

En donde :

ppm Cl = mgr por litro de cloruros.

(ml AgNO<sub>3</sub> - ml KSCN x F) = ml reales de la solución de Nitrato de Plata para titular los cloruros

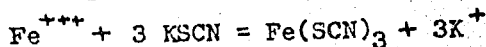
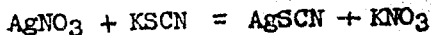
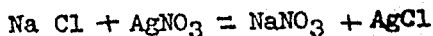
N AgNO<sub>3</sub> = Normalidad de la solución de Nitrato de Plata.

35.46 = Peso atómico del Cloro.

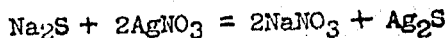
$\frac{1000}{\text{ml de muestra}}$  = Factor para relacionar a un litro y obtener ppm.

6).- Reacciones.

Reacciones del método :



Reacciones de interferencia :

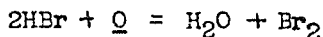
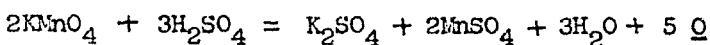


### 7).- Eliminación de las interferencias.

Se toman 100 ml de muestra y se evaporan hasta obtener un volúmen aproximado de 50 ml. A la solución fría se le adicionan 65 ml de Acido Acético Glacial 1:1 y 3 ml de Acido Sulfúrico conc. Se pesan aproximadamente 1.5 gr de Permanganato de Potasio, se le agregan a la solución y se evapora hasta unos 10 ml. Se afora a 100 ml con agua destilada y se cuantean los cloruros.

Reacciones:

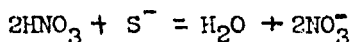
( Son las mismas que para los yoduros )



Separación de los sulfuros:

Se toman 100 ml de muestra y se añaden 5 ml de Acido Nítrico (1:1) y se hierve por espacio de 15 min. al cabo de los cuales se habrán eliminado todos los sulfuros.

Reacción:



Método de Mohr.

#### 1).- Generalidades.

Principio.- En este método los cloruros en solución neutra o ligeramente ácida, que contenga cromatos, se titulan con Nitrato de Plata. El Nitrato de Plata reacciona con los cloruros dando un precipitado de Cloruro de Plata y el final de la titulación está dado por la formación de un precipitado rojo de Cromato de Plata.

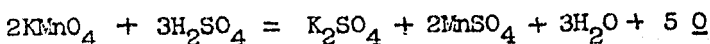
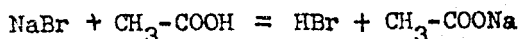
Interferencia.- Los yoduros y bromuros se registran co-

### 7).- Eliminación de las interferencias.

Se toman 100 ml de muestra y se evaporan hasta obtener un volúmen aproximado de 50 ml. A la solución fría se le adicionan 65 ml de Acido Acético Glacial 1:1 y 3 ml de Acido Sulfúrico conc. Se pesan aproximadamente 1.5 gr de Permanganato de Potasio, se le agregan a la solución y se evapora hasta unos 10 ml. Se afora a 100 ml con agua destilada y se cuantean los cloruros.

Reacciones:

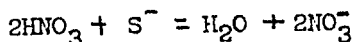
( Son las mismas que para los yoduros )



Separación de los sulfuros:

Se toman 100 ml de muestra y se añaden 5 ml de Acido Nítrico (1:1) y se hierve por espacio de 15 min. al cabo de los cuales se habrán eliminado todos los sulfuros.

Reacción:



Método de Mohr.

1).- Generalidades.

Principio.- En este método los cloruros en solución neutra o ligeramente ácida, que contenga cromatos, se titulan con Nitrato de Plata. El Nitrato de Plata reacciona con los cloruros dando un precipitado de Cloruro de Plata y el final de la titulación está dado por la formación de un precipitado rojo de Cromato de Plata.

Interferencia.- Los yoduros y bromuros se registran co-

mo equivalentes de los cloruros. En la reacción interfieren los fosfatos, sulfuros, cianuros y sulfitos.

2).- Material.

1 Matraz Erlenmeyer 250 ml.

1 Matraz Aforado 1000 ml.

1 Matraz Aforado 250 ml.

1 Probeta Graduada 100 ml.

1 Pipeta Volumétrica 1 ml.

1 Pipeta Graduada 5 ml.

1 Bureta Graduada 50 ml.

3).- Reactivos.

a).- Solución Estandar de Cloruro de Sodio 0.0141 N. La preparación de esta solución puede verse en el Método de Volhard

b).- Solución Estandar de Cloruro de Sodio 0.0141 N. La preparación de esta solución puede verse en el Método de Volhard

c).- Solución indicadora de Cromato de Potasio.- Se disuelven 50 gr de la sal en poca cantidad de agua destilada y se le agrega solución de Nitrato de Plata hasta producir un ligero precipitado rojizo; se deja reposar por 24 hr, se filtra y se afora a 1000 ml con agua destilada.

d).- Suspensión de Hidróxido de Aluminio.- Se disuelven 125 gr de Sulfato de Aluminio y Potasio en agua destilada y se afora a 1000 ml. Se precipita Hidróxido de Aluminio mediante la adición lenta de Hidróxido de Amonio agitando constantemente la solución. Se decanta y se lava el precipitado con agua destilada repitiendo esta operación hasta que está libre de cloruros.

e).- Solución Indicadora de Fenolftaleína.- Se disuelve

5 gr de Fenolftaleína en 500 ml de Alcohol Etilico al 90 % y se afora a 1000 ml con agua destilada.

f).- Solución de Acido Sulfúrico.- 1:70

g).- Solución de Hidróxido de Sodio 0.5 N.- Se pesan 5gr de la sal y se aforan a 250 ml con agua destilada.

4).- Procedimiento.

Se toman 100 ml de muestra o una alícuota aforada a 100 ml. Si la muestra está coloreada se trata con 3 ml de la suspensión de Hidróxido de Aluminio, se agita fuertemente y se deja reposar hasta que se asiente. Se filtra y el precipitado se lava con 10-15 ml de agua destilada. El filtrado se debe recoger en un Matraz Erlenmeyer de 250 ml.

Se procede a ajustar el pH con las soluciones de Acido sulfúrico o Hidróxido de Sodio precisamente en el vire incoloro de la Fenolftaleína. Se agrega un ml de la solución indicadora de Cromato de Potasio y se titula con la solución de Nitrato de Plata hasta que el color cambie de un amarillo puro a un amarillo rosado.

Se debe preparar un testigo con agua destilada para percibir el cambio de color. Esta solución se prepara siguiendo todos los pasos descritos, pero en lugar de usar la muestra, se toman 100 ml de agua destilada.

5).- Cálculo.

$$\text{ppm Cl} = \frac{(\text{ml AgNO}_3 - \text{ml AgNO}_3 \text{ test.}) \text{N AgNO}_3 \times 35.46 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

En donde :

ppm Cl = mgr por litro de cloruros

ml AgNO<sub>3</sub> - ml AgNO<sub>3</sub> test. = ml de la solución de Nitrato de

Plata realmente usados para titular los cloruros.

$N \text{ AgNO}_3$  = Normalidad de la solución de Nitrato de Plata.

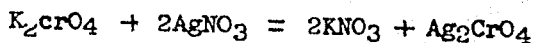
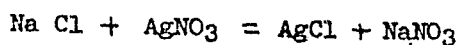
35.46 = peso atómico del Cloro.

1000

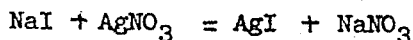
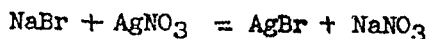
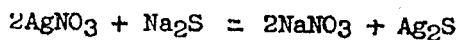
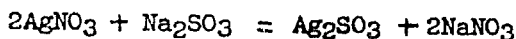
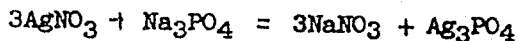
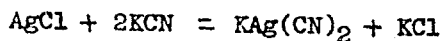
$\frac{\text{ml de muestra}}{\text{ml de muestra}}$  = Factor para relacionar a un litro y así obtener ppm.

#### 6).- Reacciones.

Reacciones del método :



Reacciones de interferencia :



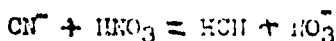
#### 7).- Eliminación de las interferencias.

Separación de los sulfuros.- Esta eliminación puede verse en el Método de Volhard.

Separación de los cianuros.- Para esta eliminación se debe proceder con sumo cuidado ya que hay formación de Acido Cianídrico el cual es sumamente venenoso.

A los 100 ml de muestra se le agregan 5 ml de Acido Nítrico y se calienta la solución teniendo cuidado de no respirar los vapores que se desprenden. Esto se debe llevar a cabo en un lugar adecuadamente ventilado.

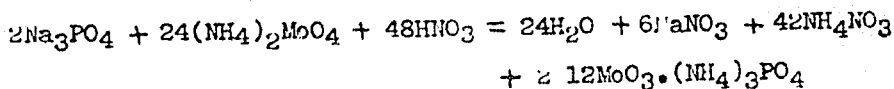
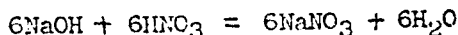
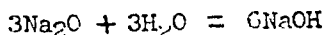
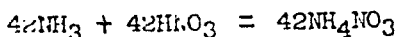
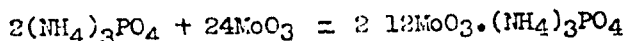
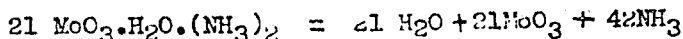
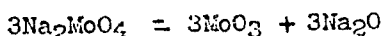
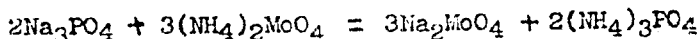
Reacción :



Separación de los fosfatos.- Para esta separación deben tenerse todos los fosfatos en la forma de ortofosfatos; si este no es el caso se calentará la muestra en presencia de Acido Sulfúrico, transformándose de esta manera a ortofosfatos.

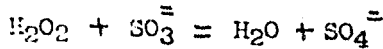
Se toman 100 ml de muestra y se le agregan 10 ml de Acido Nítrico concentrado y 20-40 ml de una solución saturada de Molibdato de Amonio. Se agita fuertemente y se deja reposar 12 hr se filtra y se lava el precipitado con 15-20 ml de una solución al 1% de Nitrato de Potasio. El filtrado debe recibirse en un Matraz Erlenmeyer de 250 ml. Hecho lo anterior se procede a efectuar la titulación de los cloruros.

Reacción :



Separación de sulfitos.- Al ml de Peróxido de Hidrógeno se agregan los 100 ml de muestra y se procede a efectuar la titulación.

Reacción :



Separación de yoduros y bromuros.- Este caso puede verse en el Método de Volhard.

#### Método Tentativo de Nitrato Mercúrico.

##### 1).- Generalidades.

Principio.- En este método los cloruros se titulan con Nitrato Mercúrico en una solución cuyo pH haya sido ajustado a 3l. Se forma un compuesto poco disociado de Cloruro Mercúrico no ocurre ninguna precipitación. En el punto final, el exceso de iones mercúricos producen un color violeta con la solución indicador de difenilcartazona.

Interferencias.- Los yoduros y bromuros se registran como equivalentes de los cloruros. En la reacción interfieren los sulfitos, los iones férricos y los cromatos.

##### 2).- Material.

- 1 Matraz Aforado de 1000ml.
- 1 Matraz Aforado de 100ml.
- 1 Probeta Graduada de 100ml.
- 1 Bureta Graduada de 50ml.

##### 3).- Reactivos.

a).- Solución de Nitrato Mercúrico 0.0141 N.- Se disuelven 2.20 gr de Nitrato Mercúrico en 20 ml de agua destilada que contengan 0.25 ml de Acido Nítrico concentrado, luego se afora a 1000 ml con agua destilada.

b).- Solución Estandar de Cloruro de Sodio 0.0141 N.- La preparación de esta solución puede verse en el Método de Volhard.



Solución Indicadora de Difenilcarbazona.- Azul de Bromofenol.- Se disuelven 5 gr de Difenilcarbazona y 0.05 gr de Azul de Bromofenol en Alcohol Etilico al 95% y se afora a 100 ml. Se guarda en un recipiente color ámbar.

El objeto de la adición del Azul de Bromofenol es permitir el ajuste del pH y mejorar la exactitud del cambio de color en el punto final al enmascarar, con su color amarillo, la coloración pálida que la Difenilcarbazona desarrolla en el transcurso de la titulación.

d).- Solución de Acido Nítrico 0.2 N.-

4).- Procedimiento.

Se toman 100 ml de muestra o una alícuota aforada a 100 ml y se colocan en un Matraz Erlenmeyer. Se agregan 10 gotas de indicador y se añade, por medio de un gotero, solución de Acido Nítrico 0.2 N hasta que se obtenga un color amarillo (pH 3.6) y se agrega un exceso de 5 gotas para lograr un pH de 3.1. Se titula con solución de Nitrato Mercúrico; antes del final de la reacción toma un color naranja pálido y desde este punto hay que proceder con cuidado hasta obtener un color violeta. El viraje del indicador en el testigo, (100 ml de agua destilada) tendrá lugar después de la adición de la primera gota de la solución de Nitrato Mercúrico.

5).- Cálculo.

$$\text{ppm Cl} = \frac{\text{ml Hg}(\text{NO}_3)_2 \times \text{N Hg}(\text{NO}_3)_2 \times 35.46 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

En donde :

ml  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  = ml gastados para la titulación de los cloruros.

N  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  = normalidad de la solución de Nitrato Mercurí-  
rico.

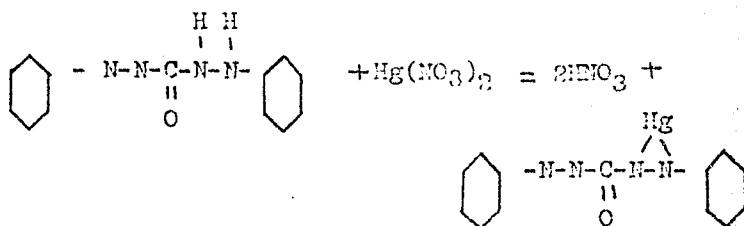
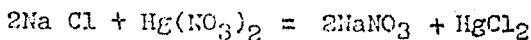
35.46 = peso atómico de Cloro.

1000.

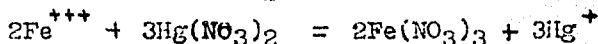
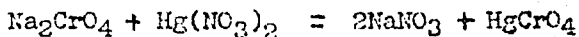
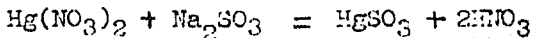
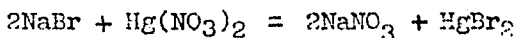
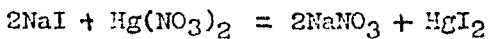
$\frac{\text{ml de muestra}}{\text{ml de muestra}}$  = Factor para relacionar un litro y así ob-  
tener ppm.

6).- Reacciones.

Reacciones del método :



Reacciones de interferencia :

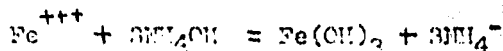


7).- Eliminación de las interferencias.

Separación de yoduros y bromuros.- Este caso puede verse en el Método de Volhard.

Separación de iones férricos.- A los 100 ml de muestra se añade Hidróxido de Amonio hasta formación de un precipitado espeso rojo ladrillo de Hidróxido Férrico. Se filtra, se lava el precipitado y se procede normalmente a la titulación de los cloruros.

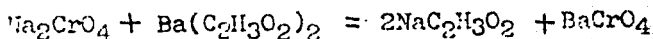
Reacción :



Separación de sulfitos.- Este caso puede verse en el Fig todo de Mohr.

Separación de cromatos.- Se neutralizan los 100 ml de muestra con Acido Nítrico o Hidróxido de Amonio según el caso y se añaden 10 ml de solución 1.N de Acetato de Bario a la muestra en ebullición. La adición debe ser lenta y con agitación. Se deja reposar 2-3 hr. y se filtra lavando perfectamente el precipitado.

Reacción :



CAPITULO III

PARTE EXPERIMENTAL .

PARTE EXPERIMENTAL .

Este capítulo contiene los resultados obtenidos en el laboratorio en forma de tablas y gráficas.

Las soluciones de los compuestos que causan interferencia en cada método se prepararon con 1 gr de la sal aforado a 1000 ml con agua destilada. Estas soluciones són :

Tabla No. I

Interferencia de Sulfuros. (  $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$  )

ml de sol.	mgr de S
1	0.13348
5	0.66740
10	1.33470
15	2.00220
20	2.66960
25	3.33700
30	4.00440
35	4.67180
40	5.33920
45	6.00660
50	6.67400
55	7.34140
60	8.00880

Tabla No. 2

Interferencia de Cianuros. ( KCN )

ml. de sol.	mgr de CN
1	0.39948
5	1.99740
10	3.99480
15	5.99220
20	7.98960
25	9.98700
30	11.98440
35	13.98180
40	15.97920
45	17.97660
50	19.97400
55	21.97140
60	23.96880

Tabla No. 3

Interferencia de Fosfatos. (  $KH_2PO_4$  )

ml de sol.	mgr de $PO_4$
1	0.69789
5	3.48945
10	6.97890
15	10.46835
20	13.95780
25	17.44725
30	20.93670
35	24.42615

Tabla No. 3 (continuación)

ml de sol.	mgr de $\text{PO}_4$
40	27.91560
45	31.40505
50	34.89450
55	38.38395
60	41.87340

Tabla No. 4

Interferencia de Sulfitos. ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$  98%)

ml de sol.	mgr de $\text{SO}_3$
1	0.62249
5	3.11245
10	6.22490
15	9.33735
20	12.44980
25	15.56225
30	18.67470
35	21.78715
40	24.89960
45	28.01205
50	31.12450
55	34.23695
60	37.34940

Tabla No. 5

Resultados del Método de Volhard.

ml NaCl	ml $\text{H}_2\text{O}$	ml $\text{AgNO}_3$	ml KSCN	F	ml KSCNxF	ml $\text{AgNO}_3$	ppm
		tot.				real	

Tabla No. 5 (continuación)

ml NaCl	ml H <sub>2</sub> O	ml AgNO <sub>3</sub> tot.	ml HSCN	F	ml KSCNxF	ml AgNO <sub>3</sub> real	ppm
10	90	13.5	2.1	1.449	3.0429	10.4571	52.2855
20	80	23.5	2.1	1.449	3.0429	20.4571	102.2855
30	70	33.5	2.1	1.449	3.0429	30.4571	152.2855
40	60	43.5	2.1	1.449	3.0429	40.4571	202.2855
50	50	53.5	2.1	1.449	3.0429	50.4571	252.2855
60	40	63.5	2.1	1.449	3.0429	60.4571	302.2855
70	30	73.5	2.1	1.449	3.0429	70.4571	352.2855
80	20	83.5	2.1	1.449	3.0429	80.4571	402.2855
90	10	93.5	2.1	1.449	3.0429	90.4571	452.2855
100	0	103.5	2.1	1.449	3.0429	100.4571	502.2855

Interferencia de Sulfuros.

En este método no se puede determinar la variación a causa de interferencia de sulfuros puesto que al añadir el Nitrato de Plata se forma una coloración que varía de rojo a negro por la formación de Sulfuro de Plata, es decir, desde un principio se tendría la coloración igual a la que se busca en el método.

Tabla No. 6

Resultados del Método de Mohr.

ml NaCl	ml H <sub>2</sub> O	ml AgNO <sub>3</sub> tot.	ml AgNO <sub>3</sub> test.	ml AgNO <sub>3</sub> real	ppm
10	90	10.9	0.6	10.3	51.5
20	80	20.9	0.6	20.3	101.5
30	70	30.9	0.6	30.3	151.5
40	60	40.9	0.6	40.3	201.5



Tabla No. 6 (continuación)

ml NaCl	ml H <sub>2</sub> O	ml AgNO <sub>3</sub> tot.	ml AgNO <sub>3</sub> test.	ml AgNO <sub>3</sub> real	ppm
50	50	10.9	0.6	50.3	251.5
60	40	60.9	0.6	60.3	301.5
70	30	70.9	0.6	70.3	351.5
80	20	80.9	0.6	80.3	401.5
90	10	90.9	0.6	90.3	451.5
100	0	100.9	0.6	100.3	501.5

Tabla No. 7

Interferencia de Sulfuros.

ml NaCl	ml KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	ml H <sub>2</sub> O	ml AgNO <sub>3</sub> tot.	ml AgNO <sub>3</sub> test.	ml AgNO <sub>3</sub> real	ppm
10	10	80	11.3	0.6	10.7	53.5
10	20	70	11.7	0.6	11.1	55.5
10	30	60	12.1	0.6	11.5	57.5
10	40	50	12.5	0.6	11.9	59.5
10	50	40	12.9	0.6	12.3	61.5
10	60	30	13.3	0.6	12.7	63.5

Tabla No. 8

Interferencia de Cianuros.

ml NaCl	ml KCN	ml H <sub>2</sub> O	ml AgNO <sub>3</sub> tot.	ml AgNO <sub>3</sub> test.	ml AgNO <sub>3</sub> real	ppm
10	10	80	11.1	0.6	10.5	52.5
10	20	70	11.3	0.6	10.7	53.5
10	30	60	11.5	0.6	10.9	54.5
10	40	50	11.7	0.6	11.1	55.5

Tabla No. 8 (continuación)

ml	ml	ml	ml AgNO <sub>3</sub>	ml AgNO <sub>3</sub>	ml AgNO <sub>3</sub>	ppm
NaCl	KCN	H <sub>2</sub> O	tot.	test.	real	
10	50	40	11.9	0.6	11.3	56.5
10	60	30	12.1	0.6	11.5	57.5

Tabla No. 9

Interferencia de Sulfuros.

ml	ml	ml	ml	ml AgNO <sub>3</sub>	ml AgNO <sub>3</sub>	ppm
NaCl	Na <sub>2</sub> S.9H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	test.	tot.	real	
10	10	80	0.6	10.7	10.1	50.5
10	20	70	0.6	10.0	9.4	47.0
10	30	60	0.6	9.3	8.7	43.5
10	40	50	0.6	8.6	8.0	40.0
10	50	40	0.6	7.9	7.3	36.5
10	60	30	0.6	7.2	6.6	33.0

Tabla No. 10

Interferencia de Sulfitos.

ml	ml	ml	ml AgNO <sub>3</sub>	ml AgNO <sub>3</sub>	ml AgNO <sub>3</sub>	ppm
NaCl	Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	tot.	test	real	
10	10	80	11.2	0.6	10.6	50.0
10	20	70	11.5	0.6	10.9	54.5
10	30	60	11.8	0.6	11.2	56.0
10	40	50	12.1	0.6	11.5	57.5
10	50	40	12.4	0.6	11.8	59.0
10	60	30	12.7	0.6	12.1	60.5

Tabla No. 11

Resultados del Método de Nitrato Mercurico.

ml NaCl	ml Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	ppm
10	9.8	49.0
20	19.8	99.0
30	29.8	149.0
40	39.8	199.0
50	49.8	249.0
60	59.8	299.0
70	69.8	349.0
80	79.8	449.0
90	89.8	449.0
100	99.8	499.0

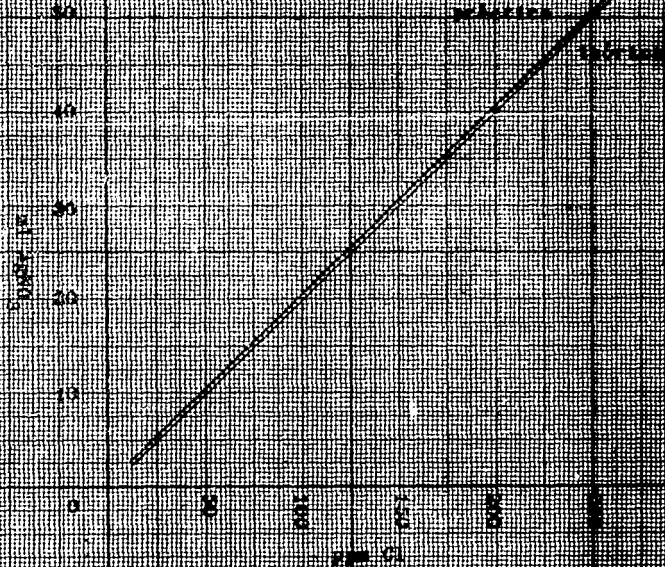
Tabla No. 12

Interferencia de Sulfitos.

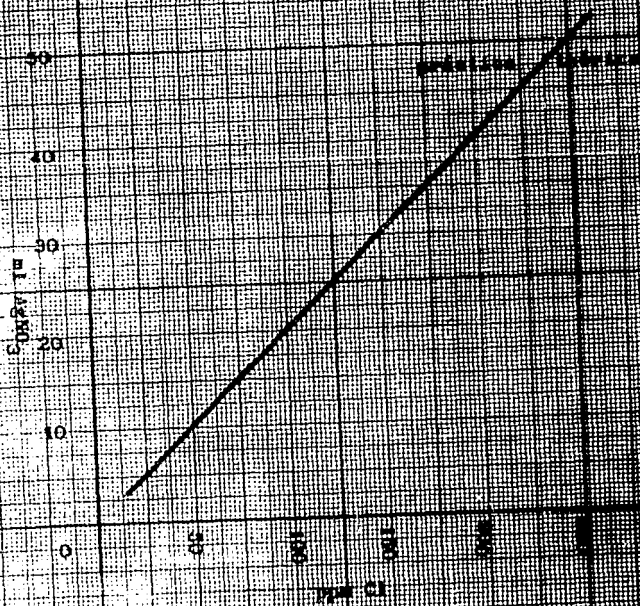
ml NaCl	ml Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	ml H <sub>2</sub> O	ml Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	ppm
10	10	80	10.6	53.0
10	20	70	10.9	54.5
10	30	60	11.2	56.0
10	40	50	11.5	57.5
10	50	40	11.8	59.0
10	60	30	12.1	60.5

La interferencia debida a los iones férricos y a los cromatos no se puede determinar exactamente, ya que dicha interferencia es causada por la coloración de las sales la cual es amarilla ( Nitrato Férrico y Cromatos ).

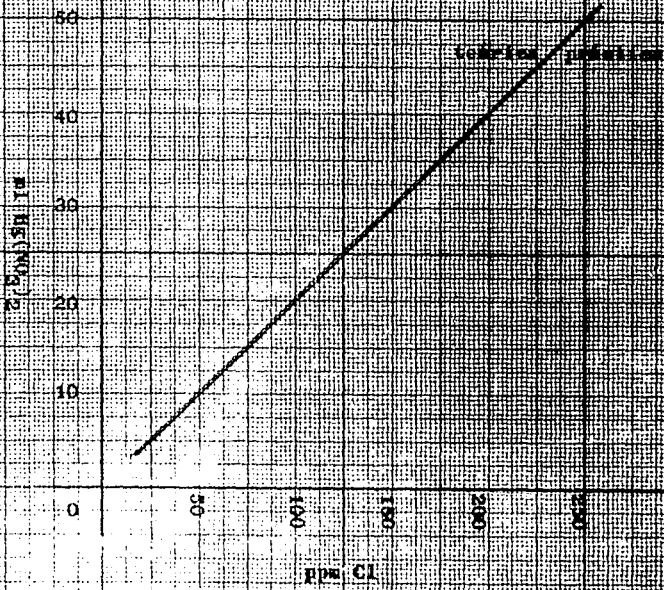
RESULTADOS DEL METRO DE VOLIUM



RESULTADOS DEL METODO DE MORG



# RESULTADOS DEL METODO DE NITRATO MERCURICO



CAPITULO IV

CONCLUSIONES .

## CONCLUSIONES.

La diferencia entre las cantidades encontradas prácticamente y las realmente existentes en la muestra es debida principalmente al operador , es decir, al punto que tome como cambio de color del indicador en cuestión.

Los métodos de Volhard y Mohr, además de requerir más tiempo para efectuarse, tienen un cambio de color muy difícil de observar, lo que motiva un mayor error en estos métodos.

Es por esto recomendable el uso del método del Nitrato Mercúrico pues el cambio de color del indicador es sumamente fácil de observar y el tiempo necesario para llevar a cabo la determinación es mínimo.

Otro factor a favor de este método es la no formación de precipitados que solamente vienen a dificultar la exactitud en la apreciación del cambio de color en los otros dos métodos.

Como los estudios para el tratamiento de calderas está basado en el análisis de lotes de muestras de agua, es recomendable que solo un operador realice el análisis de cada lote.



CAPITULO V

BIBLIOGRAFIA .

## BIBLIOGRAFIA.

Foster, "Inorganic Chemistry for Colleges",  
2a ed., Ed. Ferguson, 1939.

APHA, AWWA, FSIWA "Standard Methods of Analysis",  
10a ed. 1955.

Merck and CO. Inc. "Merck's Index ",  
5a ed., New Jersey 1940.

"Handbook of Chemistry and Physics",  
Ed. Chemical Rubber Publishing Co., 40a ed., Cleveland Ohio,  
1958

Ullman "Enciclopedia Química", trad. José Estalella.  
Ed. Gustavo Gili, Barcelona 1931.

Scott "Standard Methods of Chemical Analysis",  
5a ed., D. Van Nostrand Co., Princeton N.J., 1958.

Betz "Handbook of Industrial Water Conditioning",  
Orozco "Análisis Químico Cuantitativo",  
3a ed., Ed. Porrúa S.A. México, 1956.