

Instituto Politécnico Nacional

Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas

Laboratorio de Química Analítica II

Práctica #1: Análisis de aguas: determinación de cloruros, alcalinidad, dureza total, dureza de calcio, dureza de magnesio, sulfatos y selenio

Fecha de entrega: 24 de septiembre de 2009

Análisis de Aguas

Determinación de Cloruros, Alcalinidad, Durezas, Sulfatos y Selenio

Objetivos generales:

- Determinar el contenido de iones presentes en muestras de agua, que son considerados como sustancias indeseables o impurezas y a partir de los resultados de estos análisis se tendrá la pauta para seleccionar los tratamientos requeridos para su purificación.
- Determinar los parámetros principales requeridos para establecer la calidad del agua para alimentación a generadores de vapor (calderas), que sirve como ejemplo a los análisis que se llevan a cabo en diferentes tipos de agua. El resultado de estos análisis sirve de base para la selección de equipos y procesos de tratamiento.
- Efectuar las determinaciones de dureza total, parcial, alcalinidad, cloruros, selenio y sulfatos utilizando las técnicas analíticas correspondientes.

Cloruros

Nota: Datos y resultados tomados de 6A

Reacciones de valoración de la disolución titulante:

Blanco

Rojo Ladrillo

Reacciones de la muestra problema:

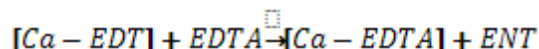
Alcalinidad

Reacciones de valoración de la disolución titulante:

Reacciones de la muestra problema:

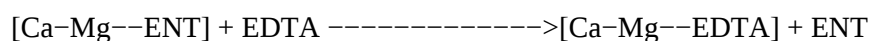
Dureza

Reacciones de valoración de la disolución titulante:

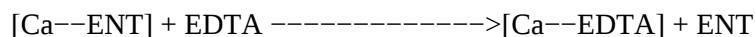


Complejo inestable incoloro complejo estable azul

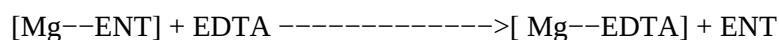
Reacciones de la muestra problema:



Complejo inestable incoloro complejo estable azul



Complejo inestable incoloro complejo estable purpura



Complejo inestable incoloro complejo estable azul

Sulfatos

Reacción de la muestra problema:



SÃ-lice

Nota: Datos y resultados tomados de 6B ÃNICAMENTE PARA SÃ LICE

Reacciones de la muestra problema:

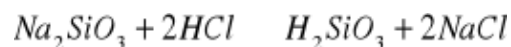


Tabla de preparaciÃn de disoluciones utilizadas en el anÃlisis de cloruros

Soluto	Solvente	ConcentraciÃn	Volumen	Tipo de soluciÃn
AgNO3	Agua	0.02 N	1000 ml	SÃlido lÃ-quido
K2CrO4	Agua	0.5%	100 ml	SÃlido lÃ-quido

Tabla de preparaciÃn de disoluciones utilizadas en el anÃlisis de alcalinidad

Soluto	Solvente	ConcentraciÃn	Volumen	Tipo de soluciÃn
HCl	Agua	0.02 N	1000 ml	liquido lÃ-quido
AM	Agua		100ml	liquido lÃ-quido
K2CrO4	Agua	0.5%	100 ml	SÃlido lÃ-quido

Tabla de preparaciÃn de disoluciones utilizadas en el anÃlisis de dureza

Soluto	Solvente	ConcentraciÃn	Volumen	Tipo de soluciÃn
EDTA	Agua	0.02 N	1000 ml	Liquido-solido
ENT		0.5%	100ml	Liquido-lÃ-quido

	Etanol y aforar con trietanolamina			
NaOH	Agua destilada	0.1 N	100 ml	Sólido-líquido
Buffer(NH ₄ Cl/(NH ₄)OH)	Agua destilada	pH 10	250 ml	Sólido-sólido
Murexida	Cloruro de potasio	0.2 %	100 g	Sólido/sólido

Tabla de preparación de disoluciones utilizadas en el análisis de sulfatos

Soluto	Solvente	Concentración	Tipo de solución
Na ₂ SO ₄	Agua	0.1 mg SO ₄ /ml solución	Sólido líquido
BaCl ₂ 2H ₂ O	Agua	2.5%w	Sólido líquido
Glicerina	Etanol	(1:1)	Líquido líquido
NaCl	HCl/H ₂ O		Sólido líquido

Tabla de preparación de disoluciones utilizadas en el análisis de S₂-lice

Soluto	Solvente	Concentración	Tipo de solución
HR Silica molibdate	Agua	10%	Sólido líquido
HR silica acid RCT	Agua		Sólido líquido
Silica citric acid	Agua	10%	Sólido líquido

Procedimiento de preparación de disoluciones utilizadas

PROCEDIMIENTO GENERAL PARA UNA SOLUCIÓN SÓLIDO LÍQUIDO

PROCEDIMIENTO GENERAL PARA UNA SOLUCIÓN LÍQUIDO LÍQUIDO

Procedimiento de valoración

PREPARACIÓN DEL S₂ LICE

Tabla de datos experimentales

Análisis de cloruros		
Volumen de AgNO3	Normalidad promedio	Volumen de muestra
6.6 ml	0.0193	20 ml
Análisis de Alcalinidad		
Volumen de HCl	Normalidad promedio	Volumen de muestra
7.5 ml	0.0184	20 ml
Carbonatos y Bicarbonatos		
Volumen de la fenoftaleina		Volumen del anaranjado de metilo
0.4ml		7.2ml
Análisis de Durezas		
Normalidad promedio	Titulo	Volumen de muestra

	promedio	
0.0197	0.9476	20 ml
Volumen de EDTA dureza total	Volumen de EDTA dureza calcio	Volumen de EDTA dureza magnesio
7.5 ml	6.6 ml	4.6 ml

Análisis de sulfatos		
Absorbancia leída	Concentración	Volumen de muestra
0.035	0.75	20 ml
Análisis de sílice		
Absorbancia leída	Concentración	Volumen de muestra
0.462	53	20 ml

Tabla de absorbancia para sulfatos

Patrón	A	Concentración SO ₄ ²⁻	Mg SO ₄ ²⁻
Blanco	0	0	0
1	0.024	0.5	0.5
2	0.049	1	1
3	0.075	2	2
4	0.081	3	3
5	0.106	4	4
6	0.196	5	5

Tabla de absorbancia para sílice

Patrón	A	Concentración
Blanco	0	0
1	0.267	29.5
2	0.37	40.9
3	0.385	42.5
4	0.4	43.3
5	0.429	47.4
6	0.549	60.7

Curvas de calibración para sulfatos y sílice

SULFATOS

SÍLICE

Tabla de resultados por cada integrante del equipo

4A

ANÁLISIS	PEq	ppm	epm
pH aproximado	Básico		
Tipo de dureza	TEMPORAL Y PERMANENTE		
Dureza total como CaCO ₃	100/2	409.36	8.1872
Alcalinidad total como CaCO ₃	100/2	430.99	8.6198
Calcio, Ca ²⁺	40/2	111.20	5.56
Magnesio, Mg ²⁺	24.31/2	31.79	2.6154
Sodio, Na ⁺	23/1	206.885	8.995
Hidróxidos, OH ⁻	-----	-----	-----
Carbonatos, CO ₃ ²⁻	60/2	39.74	1.3247
Bicarbonatos, HCO ₃ ⁻	61/1	222.23	3.6431
Cloruros, Cl ⁻	35.5/1	166.941	4.7026
Sulfatos, SO ₄ ²⁻	96/2	360	7.5
Sílice como SiO ₂	60/2	47.6	1.5867
Sólidos totales disueltos	1186.381		

4B

ANÁLISIS	PEq	ppm	epm
pH aproximado	Básico		
Tipo de dureza	TEMPORAL Y PERMANENTE		
Dureza total como CaCO ₃	100/2	236.9	4.738
Alcalinidad total como CaCO ₃	100/2	487.6	9.752
Calcio, Ca ²⁺	40/2	64.44	3.222
Magnesio, Mg ²⁺	24.31/2	18.42	1.5154
Sodio, Na ⁺	23/1	312.15	13.572
Hidróxidos, OH ⁻	-----	-----	-----
Carbonatos, CO ₃ ²⁻	60/2	33.12	1.104
Bicarbonatos, HCO ₃ ⁻	61/1	230.1	3.7721
Cloruros, Cl ⁻	35.5/1	99.34	2.7983
Sulfatos, SO ₄ ²⁻	96/2	475.00	9.8962
Sílice como SiO ₂	60/2	65.100	2.1685
Sólidos totales disueltos	1063.1		

6A

ANÁLISIS	PEq	ppm	epm
----------	-----	-----	-----

pH aproximado	Básico		
Tipo de dureza	TEMPORAL Y PERMANENTE		
Dureza total como CaCO₃	100/2	502.22	10.044
Alcalinidad total como CaCO₃	100/2	349.92	6.9984
Calcio, Ca²⁺	40/2	125.08	6.254
Magnesio, Mg²⁺	24.31/2	52.95	4.3562
Sodio, Na⁺	23/1	140.109	6.0917
Hidróxidos, OH⁻	-----	-----	-----
Carbonatos, CO₃²⁻	60/2	22.08	0.736
Bicarbonatos, HCO₃⁻	61/1	381.61	6.2559
Cloruros, Cl⁻	35.5/1	225.78	6.36
Sulfatos, SO₄²⁻	96/2	162.5	3.38
Silice como SiO₂	60/2	52.5	1.0938
Sólidos totales disueltos	1162.609		

6B

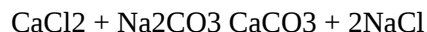
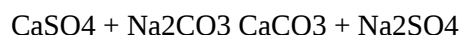
ANÁLISIS	PEq	ppm	epm
pH aproximado	Básico		
Tipo de dureza	TEMPORAL Y PERMANENTE		
Dureza total como CaCO₃	100/2	530.65	10.613
Alcalinidad total como CaCO₃	100/2	358.8	7.176
Calcio, Ca²⁺	40/2	113.71	5.6855
Magnesio, Mg²⁺	24.31/2	87.50	7.1987
Sodio, Na⁺	23/1	449.63	19.549
Hidróxidos, OH⁻	-----	-----	-----
Carbonatos, CO₃²⁻	60/2	44.16	1.472
Bicarbonatos, HCO₃⁻	61/1	488.24	8.0039
Cloruros, Cl⁻	35.5/1	167.86	4.7285
Sulfatos, SO₄²⁻	96/2	875	18.229
Silice como SiO₂	60/2	53	1.767
Sólidos totales disueltos	2279.1		

Conclusiones

Evaluando los datos obtenidos en el análisis de la muestra de agua proporcionada, se pueden obtener las siguientes conclusiones:

- El agua contiene simultáneamente dureza temporal y permanente, NO ES UTIL COMO AGUA POTABLE.

- Las aguas con dureza temporal se pueden ablandar hirviéndolas o calentándolas lo suficiente. Con este método de purificación el CO₂ es liberado, formandose precipitados relativamente insolubles de calcio y magnesio (CaCO₃, MgCO₃).
- Si esta agua se utiliza para equipos como generadores de vapor o intercambiadores de calor, las incrustaciones que se obtendrán, si no se trata, son más blandas y porosas que con dureza permanente.
- El pH del agua es mayor a 7, es decir, tiene un pH alcalino, por lo cual se puede utilizar como agua de alimentación en una caldera, ya que si el agua es alcalina se obtendrá menor corrosión.
- Cuando el agua tiene simultáneamente dureza temporal y permanente, como en este caso, se utiliza para tratarla: cal (absorbe el CO₂) y sosa, esta produce la descomposición de los sulfatos, la precipitación de carbonato cálcico insoluble, y la formación de sulfato sódico soluble:



Guardar en un frasco reactivo y etiquetar

Disolver con parte del solvente

Aforar y homogeneizar

Pesar el soluto en un vaso de precipitados.

Tomar con una pipeta graduada el ácido

Agregar el ácido a un vaso de pp con parte del disolvente

Verter un poco de ácido en un vaso de precipitados

Guardar en un frasco reactivo y etiquetar

Aforar y homogeneizar

Titular con la solución de titulante hasta el vire acordado

Agregar indicador.

Pesar Xg de solución patrón. Disolver con agua destilada.

Por último, agregar el silica acid citric y leer la absorbancia en el espectrofotómetro

Agregar a la muestra HR Silica Molibdate y dejar reposar por 2 minutos

Agregar a la muestra HR Silica Acid RCT, agitar cada dos minutos y dejar reposar, hasta completar 10 minutos