FACULTAD DE INGENIERÍA MARÍTIMA Y CIENCIAS DEL MAR

FICHA DE LA PRÁCTICA PARA LABORATORIO

		CÓDIGO
MATERIA	**Calidad de Agua**	**(FMAR-01677)**
LABORATORIO	**Calidad de Agua**	
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	**Practica 6: Determinación de Sulfatos**	

OBJETIVOS GENERALES:

1. Conocer los métodos para determinar la concentración de sulfatos en una muestra de agua, y su incidencia de acuerdo al uso de este recurso,
2. Familiarizar al estudiante con el uso e importancia del espectrofotómetro

EQUIPOS Y MATERIALES:

Materiales para el Método Espectofotométrico

☐ Botellas para muestras
☐ Matraces erlenmeyer
☐ Pipetas

Reactivos

☐ Solución ácida acondicionadora
☐ 50 ml de glicerina
☐ 30 ml de HCl concentrado.
☐ 300 ml de agua destilada.
☐ 100 ml de alcohol etílico.
☐ 75 g de cloruro de sodio.
☐ Reactivo de $BaCl2 . 2H2O$
☐ Solución patrón de 100 ppm de $SO4=$
☐ $Na2SO4$
☐ Agua destilada

Teoría

Los sulfatos se encuentran en las aguas naturales en un amplio intervalo de concentraciones. Las aguas de minas y los efluentes industriales contienen grandes cantidades de sulfatos provenientes de la oxidación de la pirita y del uso del ácido sulfúrico.

Los estándares para agua potable del servicio de salud pública tienen un límite máximo de 250 ppm de sulfatos. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida.

Los límites de concentración, arriba de los cuales se percibe un sabor amargo en el agua son: Para el sulfato de magnesio 400 a 600 ppm y para el sulfato de calcio son de 250 a 400 ppm. La presencia de sulfatos es ventajosa en la industria cervecera, ya que le confiere un sabor deseable al producto. En los sistemas de agua para uso doméstico, los sulfatos no producen un incremento en la corrosión de los accesorios metálicos, pero cuando las concentraciones son superiores a 200 ppm, se incrementa la cantidad de plomo disuelto proveniente de las tuberías de plomo.

Métodos de Determinación

Método gravimétrico: Mediante precipitación con cloruro de bario, es un método muy preciso y aplicable a concentraciones superiores a 10 mg/l. Los resultados previamente precipitados con cloruro bárico, en medio ácido, son secados a 110ºC y calcinados a 600ºC.

Método nefelométrico: Por medio del uso de un turbidímetro nefelométrico, es menos preciso que el gravimétrico para concentraciones inferiores a 10 mg/l. Se recomienda, preferentemente, para la determinación de sulfatos en aguas con contenidos superiores a 60 mg/l y siempre que se disponga de turbidímetro. Este método no es recomendable para aguas con color, materias en suspensión o con elevado contenido en materias orgánicas. El ión sulfato SO_4^{2-} precipita, en un medio de ácido acético, con ión Ba^{2+}de modo que forma cristales de sulfato de bario $BaSO_4$ de tamaño uniforme, los que deben mantenerse en suspensión homogénea durante un periodo de tiempo que resulte suficiente para medir la absorbancia que la misma produzca.

El contenido de $SO_4^{=}$ de cada muestra se obtiene a partir de la curva de calibrado previamente obtenida. En esta técnica interfieren fundamentalmente el color y la turbidez. Esta puede eliminarse por filtración o centrifugación. La interferencia del color puede soslayarse utilizando la muestra coloreada como testigo, a la que o se le agrega reactivo de la disolución precipitante de bario, o empleando como instrumento de medida un nefelómetro de doble posición de cubeta, con lo que elimina la influencia del color. Otra interferencia es la materia suspendida en gran cantidad. Parte de la materia en suspensión puede ser eliminada por filtración.

Método volumétrico: consiste en la determinación de los iones sulfatos por volumetría en presencia de sulfato de bario y en medio alcohólico. Este método es aplicable para la determinación de sulfatos en concentración inferior a 100 mg/l. El contenido de sulfatos se determina por valoración con sal sódica del EDTA, del cloruro de bario que no se utilizó en la precipitación de los sulfatos. Este método es recomendable para los casos que no se disponga del equipo necesario para aplicar el método gravimétrico.

PROCEDIMIENTO:

Procedimiento para el Método Espectofotométrico

☐ Colocar 10 ml de la muestra de agua en un matraz Erlenmeyer de 50 ml.

☐ Añadir 1 ml de la solución ácida acondicionadora. Mezclar bien

☐ Agregar 0.5 g de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$
☐ Agitar durante 1 minuto.
☐ Transferir la muestra a una celda de 1 cm del espectrofotómetro y leer la absorbancia a una longitud de onda de 420 nm dentro de los 2 minutos siguientes.

Curva de calibración de sulfatos

Preparar una curva de calibración con los siguientes puntos: 0, 5, 10, 15, 20 y 25 ppm de $SO_4^{=}$

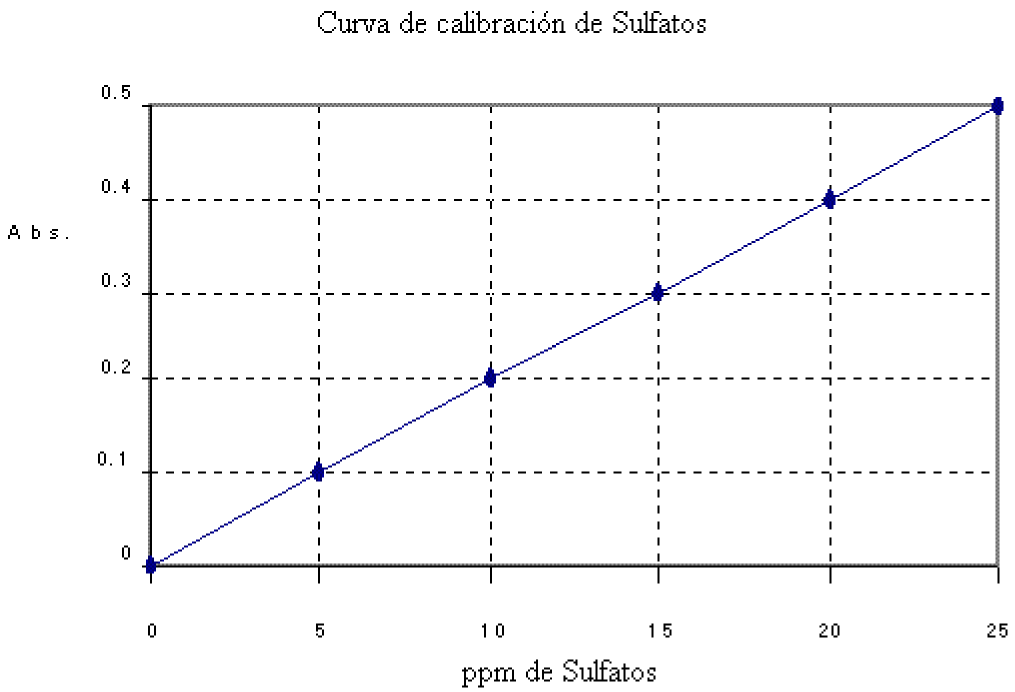
☐ Se colocan en 6 matraces volumétricos de 100 ml los siguientes volúmenes de solución estándar de 100 ppm de $SO_4^{=}$: 0, 5, 10, 15, 20 y 25 ml, se afora con agua destilada hasta la marca.
☐ Continúe los pasos marcados en el procedimiento, para desarrollar la turbidez.
☐ Grafique absorbancia contra las p.p.m. de $SO_4^{=}$
☐ Preparar un blanco con agua destilada y reactivos y ajustar la absorbancia a un valor de 0

Cálculos del Método espectofotométrico

De la curva de calibración: Obtenga las ppm de $SO_4^{=}$, de acuerdo con la lectura de absorbancia de la muestra. En caso de utilizar diluciones, se multiplica por el factor de dilución correspondiente.

$$\text{Meq./ l de } SO_4^{=} = \frac{(\text{ppm})(\text{Dilución})}{\text{PE del } SO_4}$$

PE: Peso equivalente del ión sulfato = 48.0 g



Observaciones

Hay que anotar, que si la muestra contiene materia orgánica y cierto tipo de bacterias (sulfato reductor), los sulfatos son reducidos por las bacterias a sulfuros. Para evitar lo anterior, las muestras que tengan alta contaminación, se deben almacenar en refrigeración o tratadas con un poco de formaldehído. Si la muestra contiene sulfitos, estos reaccionan a un pH superior a 8.0, con el oxígeno disuelto del agua y pasan a sulfatos, se evita esta reacción, ajustando el pH de la muestra a niveles inferiores a 8.0.

Al tratar la muestra con cloruro de bario, en medio ácido, se forma un precipitado blanco de sulfato de bario, de acuerdo con la fórmula:

Na+]   Na+]
K+]   H+   K+]
Ca++] SO4= + BaCl2.H20 --------> BaSO4 + Ca++] Cl-
Mg++]   Mg++]

Se requiere de un solvente acondicionador, que contiene glicerina y alcohol, para modificar la viscosidad de la muestra y así permitir que el precipitado de BaSO4 se mantenga en suspensión, produciendo valores de turbidez estables

Método Gravimétrico

Reactivos:
Acido Clorhídrico HCl
Cloruro de Bario BaCl2
Materiales:
Fiola
Embudo
Papel filtro
Balanza
Procedimiento:

1. se introduce 100 ml de agua muestra en una fiola
2. en la misma fiola agregar 0.5 ml de HCl
3. luego agregar 0.1 ml de BaCl2 y agitar
4. a continuación se formará un líquido lechoso
5. este líquido hacerlo pasar por el papel filtro que está sobre un embudo
6. previamente se debe hacer pesar el filtro
7. una vez filtrado el líquido, proceder a lavar el filtro
8. luego dejar secar el filtro, una vez seco se pesa de nuevo el filtro
9. se saca la diferencia de masa del filtro

La cantidad permisible de sulfatos para el consumo humano es 300 mg / L. Este método analiza sulfatos en un intervalo de 0 a 25 ppm, en muestras de agua de uso doméstico, industrial y agrícola. Si la concentración de sulfatos es superior a 25 ppm, se diluye según sea necesario.

Bibliografía

a) American Society for testing and Materials. Annual book of Standards 1994
Determinación de Sulfatos por turbidimetría en agua. Método ASTM D 516-90
b) Standard methods for the examination of water and waste water, APHA.
c) Determinación de Sulfatos por turbidimetría en agua. Método 4500 SO4-2 A-E, 1995

RESULTADOS:

Los resultados serán presentados de manera impresa y en formato digital, describiendo las etapas de los procedimientos, equipos y materiales empleados. Se deberán elaborar tablas con los resultados y compararlos entre sí para determinar las conclusiones del caso. El reporte de laboratorio contendrá todos los procedimientos y cálculos del análisis de la (s) muestra (s) de agua a ser determinada (s). Se deberán incluir conclusiones y recomendaciones.