CAPÍTULO 13

ANÁLISIS DE LABORATORIO

1. ORIENTACIÓN DEL TRABAJO EN EL LABORATORIO

El cuidado, la limpieza, la paciencia y la perseverancia son las principales virtudes de un buen químico y de un buen analista.

Advertencias y recomendaciones

1) Cuando use fósforos o el mechero Bunsen en un laboratorio, verifique si hay cerca algún frasco que contenga líquido inflamable. Si es así, aleje el frasco.

2) Cuando incorpore o mezcle sustancias que actúan rápidamente, hágalo con cuidado, verifique si necesitan refrigeración y, principalmente, en qué orden se deben agregar o mezclar las sustancias.

3) Cuando caliente un material de vidrio, mantenga el rostro alejado para evitar un accidente grave en caso de que se rompa, principalmente en los ojos.

4) Cuando use sustancias tóxicas, hágalo bajo la campana extractora y, si se trata de sustancias volátiles, use una máscara apropiada.

5) Cuando use sustancias corrosivas, hágalo con máscara y guantes de goma puestos. Toque tales sustancias solo con varillas de vidrio o pinzas.

6) Nunca deje un mechero de gas abierto sin encenderlo, porque cuando el gas se mezcla con el oxígeno del aire, además de tóxico, es explosivo en contacto directo con la llama o con la descarga de una chispa eléctrica.

7) Nunca trabaje con sustancias cuyas propiedades desconoce.

8) Antes de iniciar la preparación de un producto, es necesario que estudie las propiedades de las sustancias que va a utilizar para la reacción, así como las del producto que desea obtener.

9) Nunca huela directamente el contenido de un frasco porque puede tratarse de una sustancia tóxica.

10) Nunca pruebe un producto para comprobar su sabor porque puede tratarse de veneno.

11) Cuando realice un trabajo, controle con mucho cuidado la temperatura y la presión.

12) Anote cada procedimiento inmediatamente después de su realización para mencionarlo luego en el informe.

13) No cierre totalmente los recipientes usados en el calentamiento.

14) Las sustancias inflamables no se deben calentar directamente en el fuego.

15) Con aparatos que funcionan al vacío, no use recipientes de paredes finas ni superficies de paredes planas.

Limpieza del material de vidrio

Para que los análisis no sufran interferencias por impurezas, suciedad o incluso por reactivos de distinto tipo, es importante que el material de laboratorio esté perfectamente limpio.

Aunque se las vea limpias, las paredes de los vidrios pueden estar grasosas (por la grasa proveniente de los jabones, por ejemplo). Si es así, el líquido que se va a medir no fluirá debidamente por las buretas y las pipetas, lo que ocasionará resultados poco claros.

La limpieza con arena raya el vidrio, lo que dificulta la lectura y da mal aspecto al material de laboratorio. Para esta limpieza, por lo general se utilizan jabones, detergentes, abrasivos, etcétera. Sin embargo, estos materiales también pueden dejar residuos en el vidrio e interferir en el análisis.

Para realizar una limpieza adecuada se puede usar una solución sulfocrómica, que es altamente oxidante y quema o solubiliza las impurezas.

Es importante tomar las siguientes precauciones:

1) Las soluciones ácidas dañan la piel. Evite el contacto directo con ellas. En caso de salpicadura, lave inmediatamente la parte afectada con abundante agua.

2) Las soluciones dañan las telas. Tenga cuidado de no rociarlas con la ropa.

3) Para que el material esté limpio, lávelo previamente.

4) Cuando emplee jabones, detergentes o productos sacagrasa para dicho lavado, enjuague bien el material para remover al máximo las grasas y los residuos.

5) Como oxidante en un medio ácido, el bicromato actúa mejor cuando está caliente.

6) Después de aplicar la solución sulfocrómica, enjuague el material de vidrio con abundante agua y luego con agua destilada.

Solución sulfocrómica

Preparación:

€ Pese aproximadamente 10 gramos de bicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) en un vaso de 250 a 300 mL.
€ Agregue 100 mL de agua (o menos) para disolver, al calor, el bicromato.
€ Enfríe, pase la solución a un vaso de 1.500 mL y agregue lentamente, con agitación continua, un litro de ácido sulfúrico (H_2SO_4) comercial.

Observaciones sobre el material de vidrio

Por lo general, cuando las buretas en las que se ha utilizado una solución de NaOH se guardan impregnadas de soda, se quedan con el grifo soldado; y las pipetas en las que se ha usado $Ca(OH)_2$, $CaCO_3$, etcétera, se suelen obstruir. Conviene por ello lavar dichos materiales inmediatamente después de usarlos.

2. CONCEPTOS BÁSICOS

2.1 Temperatura del aire

a) De algún modo, la temperatura influye en el consumo del agua. Cuanto más calor haya, mayor es el consumo y la ingestión de agua. En realidad, el incremento del consumo de agua no está relacionado únicamente con la temperatura. Sería posible verificar la relación del consumo de agua con la humedad del aire y la temperatura con el transcurrir del tiempo, si existieran registros de localidades distintas que vinculen esos datos.

b) El tratamiento del agua orientado a lograr efectos fisiológicos benéficos (la fluoración, por ejemplo) debe estar relacionado con el consumo de agua (obviamente, con la temperatura). La dosificación de flúor se relaciona con la temperatura mínima y máxima del ambiente. Este dato se puede obtener con mayor exactitud si se registra para periodos largos.

2.2 Temperatura del agua

a) La ionización de los compuestos —así como la solubilidad— se relaciona con la temperatura. De este modo, el pH cambia con la ionización y, por lo tanto, también con la temperatura.

b) La solubilidad de los gases disminuye a medida que aumenta la temperatura (O_2 disuelto, por ejemplo).

c) La relación entre pH, CO_2 y alcalinidad se altera en función de la temperatura.

d) Los residuos de cloro también sufren alteración.

e) Una propiedad de los coagulantes es proporcionar iones positivos polivalentes. La temperatura, junto con la ionización, también actúa en el comportamiento de tales coagulantes.

f) La mejor coagulación con sulfato de aluminio se produce a una temperatura relativamente alta (25°C). Obviamente, si la temperatura baja, se deberá usar mayor cantidad de coagulante. Así, la temperatura del aire y la del agua sirven, entre otras cosas, para informar con seguridad sobre el tratamiento, la fluoración, la cloración y la interrelación entre el tratamiento de agua y la temperatura.

2.3 Color

Las sustancias coloreadas en solución, por lo general de naturaleza orgánica o debida a emulsiones, son responsables del color. La unidad de color es la que produce un miligramo de platino en un litro de agua, en forma de cloroplatinato de cobalto (una ppm de Pt) Hazen.

El verdadero color del agua se debe a materiales en solución. Sin embargo, hay un color visible producido por partículas dispersas en el agua (emulsiones) y por material en suspensión. El color es la característica más frecuente de las aguas de lagos y represas, y es producido por material turbio (orgánico) y por la mezcla de dicha materia orgánica con hierro y manganeso.

El agua tratada deberá tener un color recomendable hasta 10 ppm y tolerable hasta 20 ppm como máximo. El color constituye una característica de orden estético; un color acentuado puede causar cierta repugnancia en el consumidor.

2.4 Turbidez

La turbidez se debe a sólidos en suspensión finamente divididos o en estado coloidal, así como a los organismos microscópicos. La turbidez es más frecuente en aguas corrientes, debido a que estas contienen arena y arcilla.

La unidad de turbidez es producida por un miligramo de sílice (SiO_2) en suspensión en un litro de agua (una ppm). La turbidez recomendable para el agua de abastecimiento es de hasta dos ppm y tolerable hasta cinco ppm. Esta también es una característica de orden estético.

2.5 pH

La determinación del pH es importante y debe realizarse con frecuencia durante el proceso de tratamiento de agua cuando hay un pH óptimo de floculación, con el cual se obtiene el mejor tipo de floc y, por lo tanto, una mejor decantación.

En segundo lugar, se determina el pH del agua tratada para poder determinar el gas carbónico libre, mediante un gráfico. El indicador que generalmente se usa en el control de la planta es el azul de bromotimol (pH 6,0 a 7,6). Para pH que estén bajo o sobre esta cifra, se utilizan otros indicadores.

Ejemplos: pH de 4,4 a 6,0 (rojo de metilo), pH de 6,8 a 8,4 (rojo de fenol), etcétera.

2.6 Alcalinidad

La alcalinidad del agua se relaciona con su capacidad de disolver el gas carbónico, CO_2. Este, bajo la forma de ácido carbónico, se puede mezclar de varias formas con metales alcalinos (Na, K) y alcalinos terrosos (Ca, Mg) en forma de carbonatos. Estas sales, teniendo bases fuertes y ácidos débiles, le dan al agua un carácter básico.

La determinación de la alcalinidad consiste en agregar un ácido (H_2SO_4) de concentración conocida y determinar los volúmenes utilizados (titulación). Esta determinación permite comprobar la existencia de hidróxidos (OH^-), carbonatos ($CO_3^{=}$) y bicarbonatos (HCO_3^-) en el agua.

En general, se puede decir que las aguas con

pH 12,0 tienen hidróxido (son cáusticas);
pH 8,0 tienen carbonatos y bicarbonatos;
pH 4,5 a 8,0 solo tienen bicarbonatos (son más comunes), y
pH 4,5 son ácidas; es decir, tienen ácido libre además del ácido carbónico.

La necesidad de determinar la alcalinidad, en el caso del control de tratamiento, reside en lo siguiente:

1) En la necesidad de controlar el agua tratada, que de ninguna manera puede ser cáustica (existencia de hidróxidos), o pH 12,0.

2) En la necesidad de controlar el agua en estado natural, puesto que la alcalinidad natural influye en la coagulación combinándose con el sulfato de aluminio.

3) Con el resultado del pH y de la alcalinidad se determina el gas carbónico libre (CO_2). Este debe ser nulo en el agua tratada para que no se vuelva corrosiva.

2.7 Gas carbónico libre

La cantidad de gas carbónico libre se relaciona con el pH y la alcalinidad del agua. Su valor se determina mediante un gráfico.

La presencia de gas carbónico libre en aguas tratadas produce corrosión de la red. El gas carbónico es un factor de corrosión, principalmente de los materiales que contienen cemento (tuberías de fibracemento) y también es perjudicial para las tuberías de hierro.

El oxígeno disuelto en el agua es agresivo en vinculación con el hierro porque cuando reacciona produce $Fe(OH)_2$ y $Fe(OH)_3$, hidróxido de hierro II e hidróxido de hierro III. Sin embargo, se forma una capa, en cierto modo protectora, que permanece en el mismo lugar; el carbonato de calcio existente en el agua se precipita en esta capa, llena los vacíos y forma un verdadero cemento.

Si el agua contiene CO_2 libre no solo va a disolver el cemento, sino que, además, actuará con el $Fe(OH)_2$, hidróxido de hierro II, y formará $Fe(HCO_3)_2$, bicarbonato de hierro II, que es soluble.

2.8 Cloro residual

Para obtener una desinfección adecuada del agua se debe agregar suficiente cloro para satisfacer la demanda y asegurar la destrucción de la vida bacteriana. La permanencia de un residuo final indica si tales reacciones químicas y biológicas se completaron. La determi-

nación del cloro residual sirve para medir la cantidad de cloro en exceso en el agua.

La determinación del cloro es importante y se debe realizar con frecuencia (cada hora, como mínimo) porque constituye el recurso inmediato para garantizar, en parte, las condiciones bacteriológicas del agua.

Un análisis bacteriológico requiere tiempo. Un tratamiento controlado con una cloración eficaz garantiza un análisis bacteriológico negativo. Para ello se emplea la prueba colorimétrica y, como reactivo, una solución de ortotolidina. Los agentes oxidantes que incluyen otros halógenos diferentes del cloro aparecen cuantitativamente como cloro residual. Los derivados de la amina y del amoniaco presentes en el agua se mezclan con el cloro y producen cloraminas que también tienen acción bactericida, pero su actividad es mucho más reducida. Las cloraminas también dan resultados positivos en la prueba de la ortotolidina.

Las fuentes que no están altamente contaminadas por lo general no presentan estas sustancias; entonces, el proceso de determinación es muy sencillo con el método OT (véase la subsección 3.8). Para saber si hay interferencias y cuál es el método que se va a utilizar, se agrega ortotolidina en una muestra de agua filtrada sin cloro y en una muestra clorada. La formación de color se debe observar en un lapso de cinco segundos a cinco minutos.

Si el color se produce en la primera muestra, quiere decir que hay interferencia; si la intensidad del color aumenta en un lapso de cinco segundos a cinco minutos en la segunda muestra, quiere decir que existen cloraminas; se opta, entonces, por el método OTA (véase la subsección 3.8).

En las aguas sin cloraminas, con pH entre 6,0 y 8,0, se debe mantener un residuo de cloro mínimo de 0,20 ppm. Con un pH entre 8,0 y 9,0 se debe mantener un residuo de cloro mínimo de 0,40 ppm. La recolección de la muestra de agua se debe realizar en un punto donde haya habido, por lo menos, 10 minutos de contacto entre el cloro y el agua.

En el caso de la cloración por el sistema de la cloramina, el cloro residual combinado con pH 6,0 a 7,0 debe ser de 1,00 ppm; el pH entre 7,0 y 8,0 debe ser de 1,5 ppm y el pH entre 8,0 y 9,0, de 1,8 ppm.

En estos casos, la recolección de la muestra de agua se debe realizar una hora después del punto de aplicación del cloro (60 minutos de contacto entre el cloro y el agua).

2.9 Consumo de oxígeno

La determinación del consumo de oxígeno permite conocer la cantidad de material reductor existente en el agua. En general, se puede admitir que este consumo informa sobre la cantidad de materia orgánica que se encuentra en el agua. La cantidad máxima permitida en las aguas tratadas es de 2,5 ppm de oxígeno consumido.

Esta determinación es valiosa para el operador, porque no solo los microorganismos están representados por materia orgánica sino que las aguas con un alto consumo de oxígeno, en general, están asociadas al hierro reductor soluble, en estado de hierro II (Fe^{++}). Las aguas con este tipo de hierro están limpias y la filtración no retiene este material, por lo cual, a medida que recorren la red en contacto con el oxígeno (aeración) se produce una oxidación del hierro al estado de hierro III (Fe^{+++}), lo que las vuelve coloridas y turbias.

Cuando estas aguas se utilizan para lavar ropa, pueden manchar y arruinar las prendas. Las aguas con consumo de oxígeno superior a cinco ppm pueden provocar este fenómeno con gran intensidad.

El consumo de oxígeno también puede indicar proliferación de algas en represas, reservorios, etcétera. Además, cuando el operador realiza esta determinación en las diversas etapas del tratamiento podrá verificar, por ejemplo, en qué parte del proceso se está produciendo una anormalidad. Por ejemplo, si hay un aumento de consumo de oxígeno, ello puede deberse al hecho de que el reservorio está sucio, a que el filtro está colmatado, a que se han desarrollado algas en el decantador, etcétera.

Muchas veces, es necesaria una precloración para oxidar la materia orgánica, puesto que el cloro es un poderoso oxidante. Se debe observar que, en este caso, el cloro entra como oxidante y no como desinfectante, aunque también puede intervenir en la desinfección el agua.

2.10 Hierro total

El hierro puede estar en el agua como hierro II (Fe^{++}) y hierro III (Fe^{+++}). Es difícil encontrar el hierro III en aguas naturales, a no ser que se trate de aguas muy ácidas, porque se forma el $Fe(OH)_3$ (hidróxido de hierro III) insoluble. En esa forma permanece en suspensión coloidal.

Las sales de hierro II son más solubles y por ello se pueden encontrar en aguas naturales. Cuando la alcalinidad del agua es muy alta, el Fe^{++} pasa a $Fe(OH)_2$ (hidróxido de hierro II) y cuando es oxidado por el oxígeno pasa a $Fe(OH)_3$ insoluble. Pueden provocar color, sabor, manchar ropas y aparatos sanitarios, así como propiciar la

vida de las bacterias del hierro, que destruyen las tuberías de distribución.

El hierro III (Fe^{+++}) se determina colorimétricamente (en cantidad de color rojizo) como tiocianato de hierro III, producido por la adición de tiocianato de potasio (KCNS) después de la oxidación de todo el hierro II a hierro III con el permanganato de potasio ($KMnO_4$)

$$FeCl_3 + 3\ KCNS \rightarrow \underset{\text{rojo}}{Fe(CNS)_3} + KCl$$

El color que el tiocianato produce en el agua se debe comparar con los tubos patrón de hierro previamente preparados.

2.11 Alúmina residual

El hidróxido de aluminio [$Al(OH)_3$] es anfótero.

Su ionización se produce de la siguiente manera:

$$Al(OH)_3 \underline{[\ H^+\ ]}\ Al^{+++} + 3\ H_2O \qquad \text{..... pH bajo}$$

ó

$$Al(OH)_3 \underline{[\ OH^-\ ]}\ AlO_3^{---} + 3\ H_2O \qquad \text{..... pH alto}$$

Estas dos formas salinas se pueden solubilizar y atravesar los decantadores y filtros. Cuando los filtros tienen grietas, acumulación en las paredes y cuando no han sido lavados adecuadamente, etcétera, el $Al(OH)_3$ (flocs) puede penetrar en el agua tratada. Tales flocs se solubilizan con la corrección del pH.

Cuando el pH óptimo de floculación no es correcto, la cantidad de alúmina residual del agua tratada aumenta. La determinación de la alúmina residual constituye una forma de controlar las condiciones anteriores.

2.12 pHs-pH de saturación (ensayo de mármol)

El CO_2 disuelto en el agua tratada la hace corrosiva

$$H_2O + CO_2 \rightleftharpoons H_2CO_3$$

y agresiva para las tuberías de distribución. El CO_2 puede provenir de la atmósfera, de la respiración de los organismos acuáticos o incluso de la coagulación del agua, cuando, por ejemplo, el sulfato de aluminio actúa con su alcalinidad natural.

$$Al_2(SO_4)_3.18\,H_2O + 3\,Ca(HCO_3)_2 \rightarrow \underline{2\,Al(OH)_3} + 3\,CaSO_4 + 18\,H_2O + 6\,CO_2$$

Tal corrosividad debe ser neutralizada.

El CO_2 (como ácido carbónico) que reacciona con el $CaCO_3$ (carbonato de calcio) neutralizará su agresividad cuando la reacción $CaCO_3 + H_2CO_3 \rightarrow Ca(HCO_3)_2$ esté completa. Esto sucede en un pH que se puede determinar después de la reacción (pHs) y se podrá realizar fácilmente en el laboratorio. Esta misma neutralización se puede hacer durante el tratamiento del agua con $Ca(OH)_2$ al final de él.

La agresividad del CO_2 está relacionada con sustancias disueltas en el agua que pueden disminuir su efecto. Por esta razón, el pH final después de la neutralización no es igual para todas las aguas. Este se denomina pH de saturación porque es el punto en el cual el agua ya no puede disolver el $CaCO_3$ (que es prácticamente insoluble cuando no hay CO_2) ni reaccionar con el $Ca(OH)_2$.

Por otro lado, para que la tubería de distribución (principalmente la de hierro) no sea solubilizada o atacada por el agua (incluso sin CO_2) tendrá que estar protegida por una película o pintura. Dicha película está formada por $[Fe(OH)_3]$ hidróxido de hierro III

$$2\,Fe^0 + \tfrac{1}{2}\,O_2 + 3\,H_2O \rightarrow 2\,Fe(OH)_3$$

que se precipita en la tubería $CaCO_3$ debido a la aplicación de cal de corrección $Ca(HCO_3)_2 + 2Ca(OH)_2 - Ca(OH)_2 \rightarrow 2\,CaCO_3 + H_2O$. Este $CaCO_3$ precipitado forma con el $Fe(OH)_3$ una verdadera capa protectora en la superficie interna de la tubería (pintura).

Dicha base protectora debe controlarse, pues su espesor (un milímetro) no debe reducir el diámetro de la tubería. Si la base protectora no se ha creado y se pretende que se forme, se debe mantener el pH de corrección del agua tratada en un nivel un poco más alto que el pHs. Si se quiere que la capa protectora tenga un espesor menor a un milímetro, se debe mantener el pH de corrección del agua distribuida en un nivel un poco más bajo que el pHs. Si se mantiene el pH de corrección final, en el pHs no se producirá ni ensanchamiento ni desgaste de la película formada.

2.13 Flúor

Método Megregian-Meier (control)

Este método es colorimétrico y consiste en comparar los colores producidos por la reacción de la mezcla de oxicloruro de circonio-

alizarina con la muestra y soluciones madre de flúor. Las lecturas se deberán realizar después de un determinado tiempo (una hora), puesto que el proceso está basado en una decoloración progresiva de los reactivos, cuya intensidad depende del tiempo y de la cantidad de flúor.

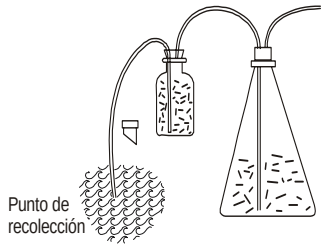
2.14 Oxígeno disuelto

Método de Winkler

La recolección de muestras de lagos, tanques o ríos para esta determinación exige ciertos utensilios. Los más simples son un frasco de vidrio de 250 mililitros de capacidad para la recolección, con tapa de vidrio achaflanada y otro de mayor volumen (entre tres y cuatro veces más grande que el primero).

Uno de los dos orificios del primer frasco se cierra con una tapa de goma y por el otro se introduce una vara de vidrio hasta el fondo. Esta vara está unida por la parte externa a un tubo de goma de tamaño adecuado por el que se producirá la entrada del agua. Luego se introduce un segundo tubo al primer frasco y se une mediante un tubo de goma a un tubo de vidrio que llega hasta el fondo del frasco grande. Se introduce otro tubo de tamaño adecuado al frasco grande y desde ahí se realiza la succión.

Figura 1



Se aspira por el tubo y se succiona agua dos o tres veces del primer frasco. Cuando el frasco está lleno, se tapa con cuidado y se procede inmediatamente con la determinación. (No dejar aire en el frasco.)

El siguiente cuadro indica la solubilidad del gas oxígeno en el agua, con distintas temperaturas.

Tabla 1

Solubilidad del O_2 en el agua (Saturación según la temperatura)	
Temperatura °C	O_2 disuelto ppm
0	14,62
5	12,80
10	11,33
15	10,15
17	9,74
20	9,17
22	8,83
25	8,38
27	8,07
30	7,63

2.15 Dureza

La dureza del agua se debe principalmente a las sales de calcio y magnesio; algunas veces, al hierro y al aluminio. La mayor parte del calcio y el magnesio presentes en el agua natural se encuentra bajo la forma de bicarbonatos, sulfatos y, ocasionalmente, cloruros y nitratos.

Las sustancias que ocasionan dureza reaccionan con los jabones comunes y producen compuestos insolubles antes de producir espuma. Así, la dureza se puede medir a través del poder que ejerce el agua en el consumo del jabón.

Las sustancias productoras de dureza se depositan como escamas en las tuberías de aguas (principalmente, en las tuberías calentadas). Existen dos tipos de dureza:

- € temporal: producida por carbonatos (bicarbonatos y carbonatos);
- € permanente: producida por no carbonatos (sulfatos, nitratos y cloruros).

La dureza se presenta siempre en términos de carbonato de calcio ($CaCO_3$) como alcalinidad. La dureza del carbonato se determina por los resultados de la alcalinidad. Si la alcalinidad producida por bicarbonatos y carbonatos normales, expresada en términos de $CaCO_3$, es mayor que la dureza total, quiere decir que hay sales de sodio. Tales compuestos no producen dureza y, en ese caso, la dureza de carbonato será igual a la dureza total. Si la suma de la alcalinidad producida por bicarbonatos y carbonatos normales es igual a la dureza total, la dureza de los carbonatos también será igual a la dureza total.

Si la suma de la alcalinidad, producida por bicarbonatos y carbonatos normales, es menor que la dureza total, esta suma es igual a la dureza de carbonatos (temporal), y la diferencia entre la dureza total y dicha suma es la dureza de no carbonatos (permanente).

2.16 Ensayo de coagulación (determinación de la dosis mínima y del pH óptimo)

La coagulación tiene como finalidad transformar las impurezas (que se encuentran en suspensión fina, en estado coloidal y algunas disueltas) en partículas que se puedan remover con la decantación (sedimentación) y la filtración.

Factores que influyen en la coagulación:

1) tipo de coagulante;
2) cantidad de coagulante;
3) cantidad y tipo de color, y turbidez;
4) otras características químicas;
5) concentración de iones;
6) tiempo de mezcla rápida y lenta;
7) temperatura;
8) violencia de la agitación, y
9) presencia de núcleos.

El proceso de coagulación implica la dispersión del coagulante y su reacción con la alcalinidad (natural o agregada) para la formación de coágulos e incluso la aglomeración de tales coágulos en el floc.

La dosificación requerida para el tratamiento del agua se realiza experimentalmente en el laboratorio. La experiencia concluirá más rápido si antes de ser iniciada, el operador conoce los siguientes indicadores:

- € temperatura del agua que se va a probar;
- € pH;
- € color;
- € turbidez;
- € alcalinidad, y
- € O_2 consumido.

La descripción del ensayo de coagulación se referirá solo al sulfato de aluminio. La técnica será la misma para los demás coagulantes.

En dicho ensayo se pretende descubrir:

a) La menor dosis de coagulante para obtener el mejor resultado en la calidad del agua tratada (es decir, el más económico). El siguiente cuadro relaciona la dosis de sulfato de aluminio con la turbidez del agua cruda y da una idea básica para la investigación.

Tabla 2

Turbidez	Dosis de sulfato de aluminio		
	Mín.	Máx.	Med.
10	5	17	10
15	8	20	14
20	11	22	17
40	13	25	19
60	14	28	21
80	15	30	22
100	16	32	24
150	18	37	27
200	19	42	30
300	21	51	36
400	22	62	39
500	23	70	42

b) El pH óptimo de floculación (el punto isoeléctrico del coágulo) para una mejor formación del floc. Cada ppm de $Al_2(SO_4)_3$ agregado necesita, teóricamente, 0,45 ppm de alcalinidad natural para reaccionar. Conociendo la alcalinidad y la dosis máxima se puede saber si se necesita o no aplicar cal en las muestras estudiadas.

- una ppm de $FeSO_4 7H_2O$ necesita, teóricamente, 0,36 ppm de alcalinidad;
- una ppm de $FeSO_4 7H_2O$ (½ Cl_2) necesita, teóricamente, 0,54 ppm de alcalinidad;
- una ppm de H_2SO_4 98% neutraliza una ppm de alcalinidad, y
- una ppm de H_2SO_4 77,7% neutraliza 0,79 ppm de alcalinidad.

Por ejemplo:

Turbidez del agua que se va a ensayar = 25 ppm.

La dosis máxima de sulfato de aluminio para dicha turbidez es igual a 22 ppm, según la tabla 2.

$22 \times 0{,}45 = 9{,}9$ ppm

Si la alcalinidad del agua fuera menor que 9,9 ppm, es necesario añadir cal.

Tabla 3

Sulfato agregado (ppm)	Materia flotante del agua saturada de cal (mL)					
	Recipientes					
	1	2	3	4	5	6
20	1	2	3	4	5	6
25	2	3	4	5	6	7
30	3	4	5	6	7	8
35	4	5	6	7	8	9
40	5	6	7	8	9	10
50	7	8	9	10	11	12

Nota: en ensayos fuera del área de la planta de tratamiento de agua se debe disponer de un mínimo de 20 litros de muestra de agua.

2.17 Cloración al punto de quiebre

Se entiende por cloración al punto de quiebre la demanda de cloro en un intervalo de contacto (cloro-agua), cuando el cloro usado es suficiente para combinar, oxidar y coagular sin dejar residuo. En consecuencia, se trata de un punto teórico que se puede determinar de manera experimental.

En la práctica, las condiciones para determinar dicho punto en el laboratorio difieren. Sin embargo, las siguientes indicaciones pueden servir de orientación. El control se realiza con ortotolidina de baja acidez por la variación del color:

- azul, antes del punto de quiebre;
- incoloro, en el punto de quiebre, y
- amarillo, por encima del punto de quiebre.

Como toda cloración debe dejar un residuo, este se deberá mantener por encima del punto de quiebre con un residuo que permanezca (en la línea amarilla del indicador) hasta la distribución del agua, sin por ello sobrepasar la dosis conveniente; es decir, sin sobrepasar el límite de residuo recomendable en la red de distribución.

El residuo de cloro, después del punto de quiebre, siempre es libre (HClO y ClO^-), por lo cual se debe mantener en los siguientes rangos:

pH entre 6,0 y 8,0, residual de cloro libre 0,20 ppm;
pH entre 8,0 y 9,0, residual de cloro libre 0,40 ppm.

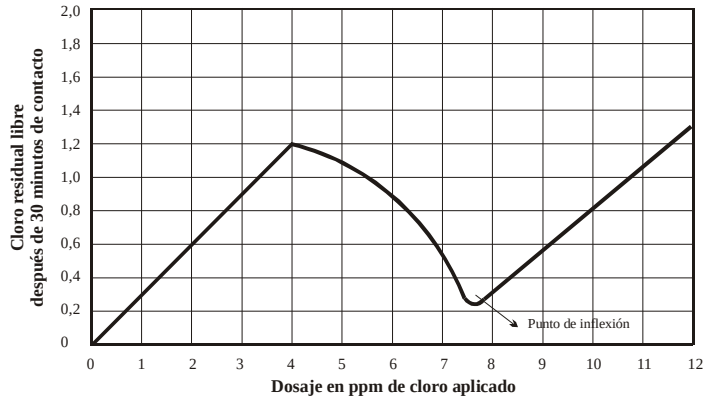
La cloración por debajo del punto de quiebre puede generar sabor y olor. Cuando se encuentra por encima del punto de quiebre podrá oxidar fenoles. Este tipo de cloración debe estar bien controlado.

Cuando se añade cloro en cantidades crecientes a determinadas aguas se observa lo siguiente:

1) El residual de cloro (total) aumenta poco a poco conforme se añade el cloro, hasta llegar a un determinado valor.
2) A partir de dicho valor, a cada aumento de dosis le corresponde una reducción del valor del residuo (total) de cloro hasta llegar finalmente al punto de quiebre que corresponde a un residuo de cloro menor, con la mayor dosis de cloro aplicada.
3) Después de ese punto, el residuo de cloro (ahora solo cloro residual libre) crece cuantitativamente según la dosis de cloro aplicada.

El punto de quiebre se determina en el laboratorio, en baterías de frascos ámbar tapados para evitar la interferencia de la luz y polvo de la atmósfera. En estos frascos se coloca igual cantidad de la muestra de agua para el ensayo y dosis crecientes de cloro. El tiempo de contacto cloro-agua es de 30 minutos. Una vez transcurrido este lapso, se determina el residuo de cloro de cada frasco. Tal residuo, puesto en un gráfico, permite conocer el punto de quiebre. El siguiente gráfico presenta una curva típica de los residuos de cloro:

Gráfico 1



El cloro aplicado en el punto de quiebre elimina el olor y el sabor, oxida el hierro y el manganeso, remueve el color, desinfecta el agua y conserva los filtros y las tuberías libres de crecimiento orgánico. Una vez realizada la cloración, en dosis por debajo del punto de quiebre, puede intensificar el gusto y el olor, y por encima del punto de quiebre puede producir un excesivo e innecesario consumo de cloro.

2.18 Análisis de cal

En algunas plantas de tratamiento de agua es difícil adquirir cal. Por esta razón y a fin de orientar a los operadores para que tengan un criterio acerca de la calidad del producto, haremos referencia al análisis de cal.

Muestreo

La muestra de cal debe ser representativa. Cuando la cal se adquiere a granel, se debe retirar porciones pequeñas de distintos lugares en el punto de carga. Cuando la cal está en bolsas, hay que retirar muestras de varias bolsas (el mayor número posible); el total de dichas muestras debe pesar aproximadamente entre cuatro y cinco kilogramos, dependiendo la cantidad total.

Fraccionamiento

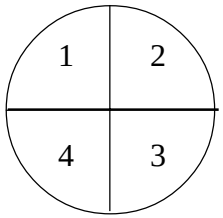
Se mezcla bien la muestra de cuatro a cinco kilos en una sola masa.

a) Forme un montículo con la muestra y divídalo en forma de cruz.

b) Retire dos porciones opuestas (por ejemplo, 2 y 4). Mézclelas para formar un nuevo montículo.

c) Divida nuevamente y repita la operación (b) hasta obtener una fracción de 500 gramos. En el laboratorio divida todavía varias veces esa porción de muestra y pese un gramo de la última fracción para la determinación final.

Figura 2



2.19 Gas sulfhídrico (H_2S)

La fermentación del lodo depositado en lagos, lagunas, represas, etcétera, produce gases de mal olor que pueden permanecer disueltos en el agua, en especial el H_2S. Las aguas profundas que recorren terrenos ricos en azufre pueden contener gas sulfhídrico disuelto. Un tratamiento para eliminar este problema consiste en la aeración.

La aeración (véase el capítulo 8) debe controlarse para evitar el exceso de oxígeno disuelto, la tasa de gas carbónico mínima y la eliminación del H_2S. La determinación del H_2S se basa en el color que adquiere el papel de filtro humedecido en acetato de plomo (marrón y luego negro) cuando se expone a la acción de dicho gas. Se trata de una determinación sencilla, colorimétrica y cualitativa.

3. DETERMINACIONES

Las siguientes determinaciones no constituyen un análisis del agua sino un conjunto de pruebas y determinaciones de rutina que pueden ser de utilidad para el operador de la planta de tratamiento de agua:

- € información sobre el estado del agua cruda y del agua tratada;
- € orientación para las etapas de clarificación química;
- € medios para economizar el consumo de productos químicos;
- € datos sobre posibles desperfectos en los equipos;
- € orientación relativa a la desinfección del agua, y
- € orientación para el tratamiento preventivo de la red de distribución.

En realidad, estas pruebas y determinaciones de rutina permiten pronosticar las condiciones de potabilidad del agua.

Frecuencia de los análisis de rutina

Se recomienda realizar estos análisis de rutina y registrar los resultados en boletines diarios con la siguiente frecuencia:

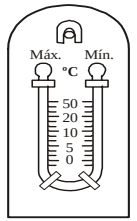
- € temperatura: es conveniente el registro gráfico y sin interrupciones. Si no hay registro de temperatura en el registrador automático, se debe realizar un registro cada dos horas;
- € pH, cada hora;
- € color, cada hora;
- € turbidez, cada hora;
- € cloro residual, cada hora;
- € alcalinidad y CO_2 (cada cuatro horas) durante el día (solo con luz artificial mediante el método electrométrico);
- € O_2 consumido, cada cuatro horas;
- € fluoruros, cada cuatro horas cuando se aplican o cuando se confirma su existencia en el agua cruda en dosis próximas a 1,0 mg/L (ppm);
- € O_2 disuelto, cada cuatro horas cuando hay un proceso de aeración o, en caso contrario, una vez por semana;
- € pHs, una vez por día;
- € hierro total, una vez por semana;
- € alúmina residual, dos veces por semana;

- € dureza, cada dos horas si hay proceso de ablandamiento del agua;
- € ensayo de coagulación, cuando sea necesario alterar la dosis del coagulante;
- € cloración a punto de quiebre, cada seis horas en caso de precloración y en aguas altamente contaminadas;
- € análisis de cal, cuando se recibe un nuevo envío;
- € gas sulfhídrico (H_2S), cada cuatro horas, cuando hay proceso de aeración, para su remoción.

La frecuencia recomendada se basa en la práctica del tratamiento de agua. Esta frecuencia puede y debe ser modificada y mejorada, según la necesidad del servicio. Por ejemplo, si el residuo de cloro sufre una alteración durante el proceso de tratamiento y se tiene que cambiar la dosis, los análisis se deben realizar con mayor frecuencia hasta corregir la alteración. En el reporte diario de la planta, el operador normalmente deberá registrar el resultado encontrado en el momento.

3.1 Temperatura del aire

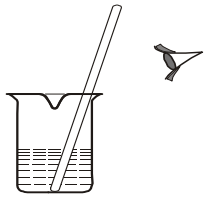
Figura 3



Se debe usar un termómetro de buena calidad y graduado para registrar la temperatura ambiente. Consérvelo a la sombra, en un lugar aireado y alejado de las paredes (principalmente de las expuestas al Sol).

3.2 Temperatura del agua

Figura 4



La temperatura del agua se puede tomar directamente en el agua de entrada o en muestras recién recolectadas. Se sumerge el termómetro en el agua y se realiza la lectura:

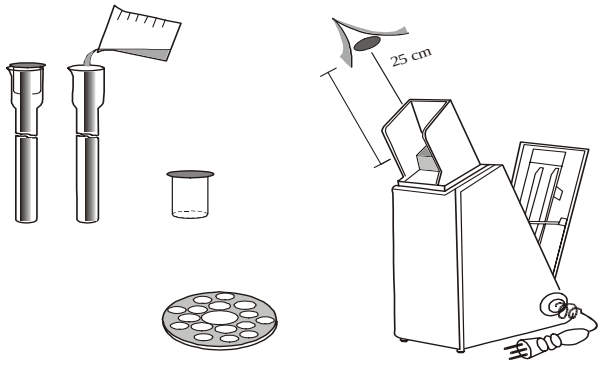
€ cuando deja de oscilar en el material dilatante;
€ con el termómetro todavía dentro del agua.

Cuando se utiliza un termómetro de mercurio es conveniente protegerlo con plástico o madera para que no se quiebre y para evitar que esta sustancia venenosa se derrame en el agua tratada.

3.3 Color

Discusión: véase la subsección 2.3.

Figura 5



Etapas de la determinación

1) Llene un tubo con agua destilada y coloque la tapa de vidrio sin permitir que se formen espacios vacíos; adáptelo al aparato (al lado izquierdo).

2) Coloque la muestra de agua (sin agitar ni derramar en el otro tubo); coloque el tapón y adáptelo al aparato (al lado derecho).

3) Conecte la bombilla y mire en el visor (a una distancia de 25 centímetros aproximadamente).

4) Gire el disco hasta que la intensidad del color coincida.

Lectura

Casos posibles:

a) coincidencia del color: el color se lee directamente en mg/L (ppm de platino en cloroplatinato de cobalto);

b) el color está comprendido entre los colores de dos filtros: el color se lee por la media aritmética en mg/L (ppm);

c) el color es igual al de mayor lectura del disco o más intenso que él: se realiza una dilución y se procede con la nueva determinación.

Dilución

En partes iguales con agua destilada, se multiplica la lectura por dos. Se toman 20 mililitros hasta completar 100 mililitros, y se multiplica por cinco. Se toman 20 mililitros de esta dilución y se completa nuevamente hasta 100 mililitros; se tiene que multiplicar el resultado de la lectura por 5 *x* 5 = 25 y así sucesivamente, hasta completar todas las diluciones que fueran necesarias.

3.4 Turbidez

Discusión: véase 2.4

Etapas de la determinación

1) Agite bien la muestra, llene el tubo de 50 milímetros y colóquelo en el aparato con el tapón de vidrio.
2) Use el filtro oscuro.
3) Conecte la bombilla; mire en el visor y gire el ajustador hasta que el disco central desaparezca.
4) Desconecte la bombilla (evite el empañamiento y la pérdida).
5) Haga la lectura correspondiente.

Nota: no utilice el espejo de la puerta del aparato.

Lectura

a) Vea el gráfico correspondiente (tubo de 50 milímetros), use filtro oscuro y coloque el resultado de la lectura en la abcisa de un sistema cartesiano. Si la ordenada cruza la curva o corresponde a una lectura superior a una ppm, la turbidez se obtiene por la ordenada en ppm de sílice (SiO_2)

b) Si la ordenada no cruza la curva, repita la lectura cambiando al filtro claro; lea la turbidez en el gráfico correspondiente.

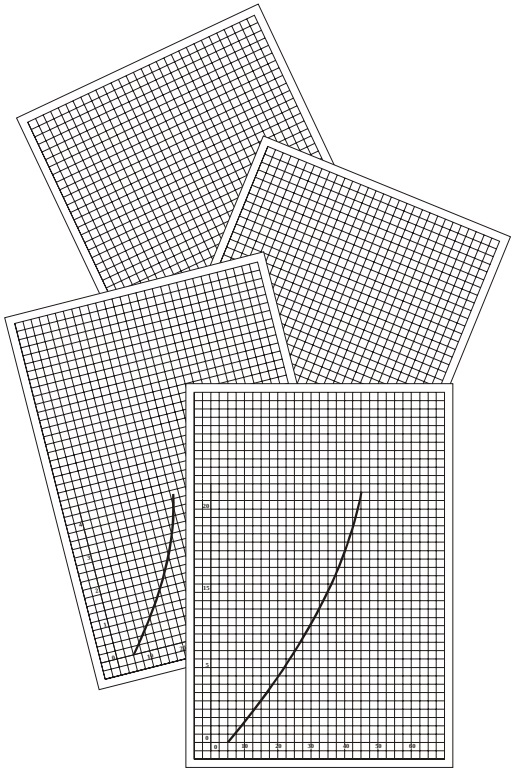
c) Si la ordenada no cruza la curva, repita una vez más la lectura cambiando a la opción sin filtro; lea la turbidez en el gráfico correspondiente.

d) Si la ordenada no cruza la curva, repita la determinación usando un tubo de ensayo de 20 milímetros y sin filtro.

e) Si aun así la ordenada no cruza la curva, repita el paso anterior (tubo de ensayo de 20 milímetros) con diluciones previas.

f) Si la turbidez es inferior a una ppm, haga una nueva determinación con un tubo de ensayo de 50 milímetros y filtro oscuro, utilizando el espejo de la puerta (abierto); lea el resultado en el gráfico correspondiente.

Figura 6



Observaciones: desconecte la bombilla después de cada lectura (para evitar el empañamiento y ahorrar).
Agite bien la muestra para cada determinación.
Limpie con un paño suave los tubos de ensayo y el tapón.
Si se forman burbujas de aire en la superficie del tapón, levántelo ligeramente y húndalo nuevamente.
Siga las órdenes de lectura (a), (b), (c), (d), y utilice los gráficos correspondientes.

Importante: El espejo de la puerta del aparato se debe utilizar para una turbidez inferior a una ppm (caso f).

Nota: Dependiendo de las condiciones del agua y de la práctica del operador, algunas veces es difícil la determinación del disco central cuando se observa el visor. Entonces, se realiza una serie de determinaciones de la siguiente manera: se extraen cuatro valores de lectura con tendencia al oscurecimiento del disco central y tres valores con tendencia a la clarificación del disco central. Se suman los valores y el resultado se divide entre siete (media aritmética).

3.5 pH

Discusión: 2.5.
Aparato: comparador colorimétrico, disco y dos tubos de ensayo de 13 milímetros.
Indicadores: rojo de metilo (pH de 4,4 a 6,0): véase la subsección 5.5;
azul de bromotimol (pH de 6,0 a 7,6): véase la subsección 5.6;

rojo de fenol (pH de 6,8 a 8,4): véase la subsección 5.7, y
fenolftaleína (pH de 8,6 a 10,2): véase la subsección 5.8.

Etapas de la determinación

1) Verifique si en el aparato está el disco correcto; use el indicador correspondiente, así como cantidades exactas del indicador y de muestras de agua.
2) Lave los tubos de ensayo con agua de la muestra.
3) Coloque el indicador en un tubo de ensayo.
4) Coloque 10 mililitros de agua de la muestra en otro tubo de ensayo y viértalo en el primero sobre el indicador; coloque este tubo de ensayo con la muestra y el indicador a la derecha del aparato.
5) Llene el segundo tubo de ensayo con agua de la muestra nuevamente y colóquela a la izquierda del aparato.
6) Mantenga el aparato contra la luz y mire en el visor en dirección horizontal. Mantenga la vista aproximadamente a 25 centímetros lejos de la luz.
7) Gire el disco hasta que los colores coincidan.

Lectura

Casos posibles:

a) el color es menos intenso que el de menor lectura: determine el pH con el indicador y el disco de escala inferior;
b) hay coincidencia de color: lea el pH directamente;

c) el color se ubica entre los colores de dos filtros: obtenga el pH con la media aritmética;

d) color igual o más intenso que el de mayor lectura del disco: determine el pH con otro indicador y un disco de escala superior con la misma técnica.

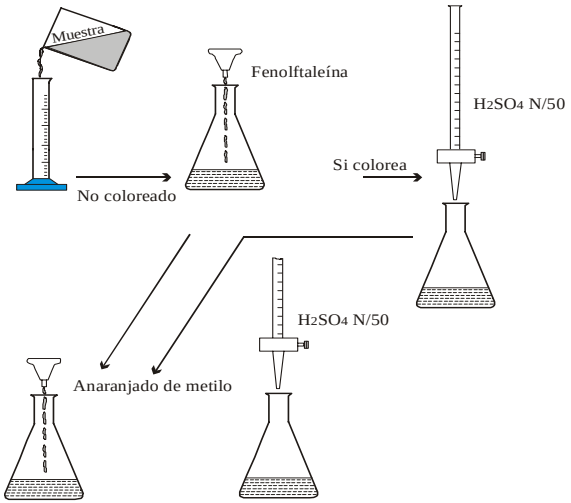
3.6 Alcalinidad

Discusión: véase la subsección 2.6.

Material necesario:
anaranjado de metilo (cuatro gotas): véase la subsección 5.1;
solución H_2SO_4 N / 50: véase la subsección 5.2;
fenolftaleína (10 gotas): véase la subsección 5.8.

Material de vidrio:
bureta graduada de 25 mililitros;
probeta de 100 mililitros, y
dos frascos Erlenmeyer de 250 mililitros.

Figura 8



Etapas de la determinación

1) Coloque cien mililitros de la muestra (sin agitar) en un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros.

2) Añada diez gotas de fenolftaleína.

3) Si se produce una coloración rosa, titule con H_2SO_4 N / 50 en la bureta hasta que el color desaparezca. Anote la cantidad utilizada en mililitros. Esta, multiplicada por 10, dará la alcalinidad a la fenolftaleína en ppm (mg/L). Si no se produce una decoloración con fenolftaleína, es porque no hay alcalinidad en la fenolftaleína.

4) Añada cuatro gotas de anaranjado de metilo a la misma muestra.

5) Si se produce un color amarillo, continúe la titulación hasta formar una coloración ligeramente rojiza. Tome nota del volumen total de H_2SO_4 N / 50 utilizado (T = P+M).

Casos posibles:

1) P = T (sólo hidróxidos) OH^-:
Resultado: P (mL) *x* 10 = ppm de alcalinidad en $CaCO_3$ debida solo al OH^-.

Por ejemplo: P = 10 mL *x* 10 = 100 ppm
M.O. = 0,0 ppm
Alcalinidad cáustica = 100 ppm de alcalinidad en carbonato de calcio debida a hidróxidos.

2) P (mayor que) ½ T (OH^- y CO_3^{--}).
Resultado: CO_3^{--} = 2 (T-P) alcalinidad debida a los carbonatos en $CaCO_3$.

Por ejemplo: P = 15 mL *x* 10 = 150 ppm
M.O. = 19,6 mL *x* 10 = 196 ppm
2 (196 – 150) = 92 ppm de CO_3^{--} en $CaCO_3$
196 – 92 = 104 ppm de OH^- en $CaCO_3$

3) P = ½ T (solo CO_3^{--}).
Resultado: CO_3^{--} = T mL *x* 10 = ppm de alcalinidad debida a los carbonatos en $CaCO_3$

Por ejemplo: P = 7,2 *x* 10 = 72 ppm = ½ CO_3^{--}
M.O. = 14,4 *x* 10 = 144 ppm
2 *x* P = 144 ppm = total CO_3^{--} en $CaCO_3$
OH^- y HCO_3^- = 0,0 ppm

4) P (menor que) ½ T (carbonatos y bicarbonatos) CO_3^{--} y HCO_3^-
Resultado CO_3^{--} = 2 P alcalinidad debida a los CO_3^{--} en $CaCO_3$.
HCO_3^- = T – 2P alcalinidad debida a los bicarbonatos en $CaCO_3$.

Por ejemplo: P = 2,8 *x* 10 = 28 ppm = ½ CO_3^{--}
M.O. = 8,6 *x* 10 = 86 ppm total
2 P = 56 ppm de alcalinidad debida a los CO_3^{--} en $CaCO_3$
86 – 56 = 30 ppm de alcalinidad debida a los HCO_3^- en $CaCO_3$

5) P = O
Alcalinidad debida a bicarbonatos en $CaCO_3$

Por ejemplo: P = O
M.O. = 3 *x* 10 = 30 ppm de alcalinidad debida a bicarbonatos en $CaCO_3$

3.7 Gas carbónico CO_2 libre

Observe en el siguiente gráfico el proceso de la reacción.

Se determina la cantidad de gas carbónico libre con el resultado del pH y de la alcalinidad total (anaranjado de metilo).

Gráfico 2

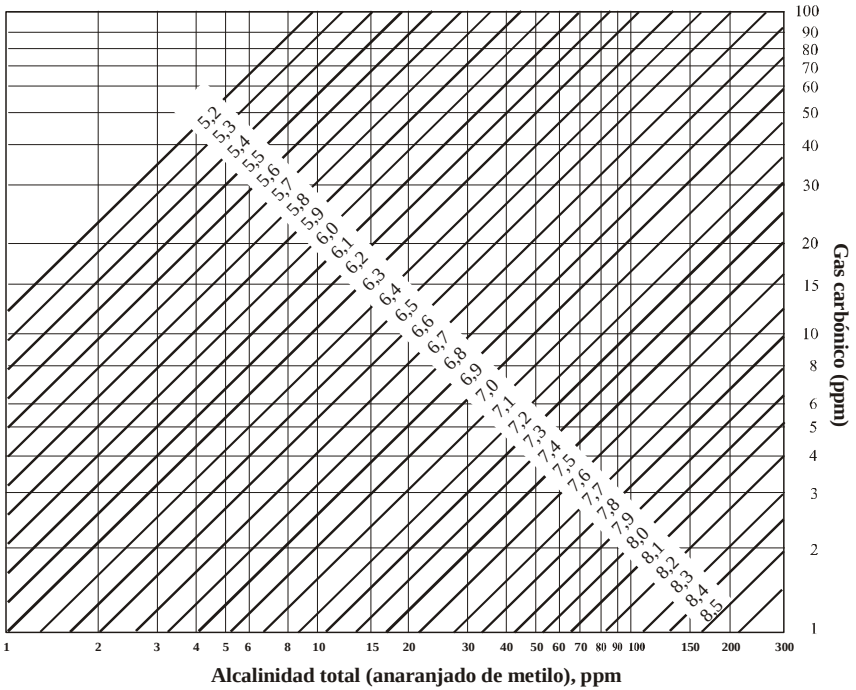


Gráfico de reacción alcalinidad pH – CO_2

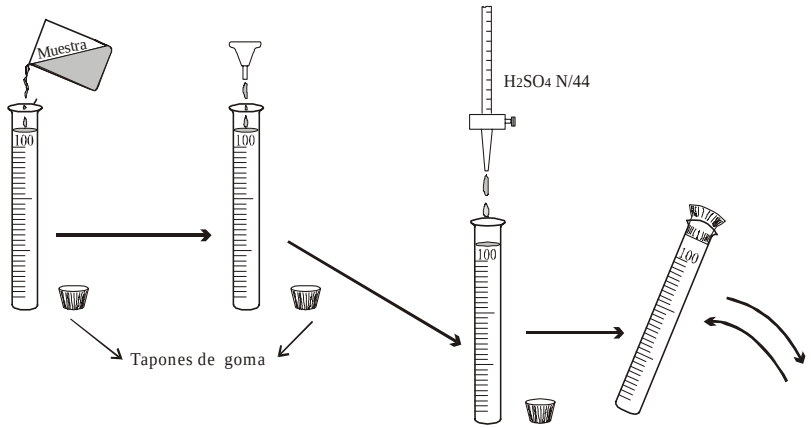
El pH se coloca en la diagonal correspondiente hasta llegar a la intersección con la vertical relativa a la alcalinidad; la horizontal que pasa por ese punto de intersección indica la cantidad de gas carbónico (CO_2).

Gas carbónico libre por determinación

Material necesario:
Reactivo: NaOH N/44: véase la subsección 5.3;
indicador: fenolftaleína (10 gotas): véase la subsección 5.8.

Material de vidrio: una bureta de 25 mililitros, división 1/10;
un tubo Nessler de cien mililitros.

Figura 7



Etapas de la determinación

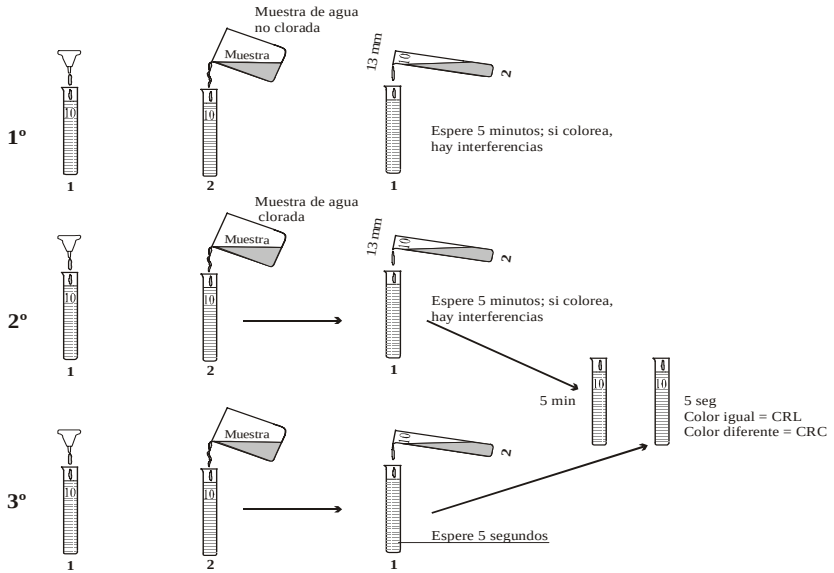
1) Tome 100 mililitros de la muestra (sin agitar) en un tubo Nessler.
2) Añada 10 gotas de fenolftaleína: si da coloración, no contiene CO_2; si no se produce una coloración rosa, continúe.
3) Incorpore a la bureta, gota a gota, la soda cáustica hasta que se consiga una coloración ligeramente rosada.
4) mL de solución de NaOH N/44 x 10 = ppm de CO_2 libre.

3.8 Cloro residual. Métodos OT y OTA

Para saber si hay interferencias y cuál es el método que se debe usar en la determinación del cloro residual (OT y OTA), se procede de la siguiente manera:

1) Agregue 0,5 mililitros de la solución de ortotolidina en un primer tubo de ensayo de 13 milímetros previamente lavado con agua destilada y luego 10 mililitros de la muestra de agua no clorada (filtrada sin cloro). Espere cinco minutos. Si se produce color, quiere decir que hay interferencia. Utilice el método OTA en la determinación del residuo de cloro.
2) Agregue 0,5 mililitros de la solución de ortotolidina en un segundo tubo de ensayo de 13 milímetros previamente lavado con agua destilada y luego 10 mililitros de muestra de agua clorada. Espere cinco minutos.

Figura 8



3) Transcurrido ese tiempo, coloque 0,5 mililitros de la solución de ortotolidina en un tercer tubo de ensayo y luego 10 mililitros medidos de la misma muestra de agua clorada. Compare inmediatamente el tercer tubo de ensayo con el segundo. Puede ocurrir lo siguiente:

   a) Los colores formados en los dos tubos de ensayo (segundo y tercero) son iguales, mientras que en el primero no se produjo color (no hay interferencia). El residuo de cloro se puede determinar mediante el método OT.

   b) Los colores formados en los dos tubos de ensayo (segundo y tercero) son diferentes (incluso si en el primer tubo de ensayo no se produjo color). El residuo de cloro se debe determinar a través del método OTA.

Método colorimétrico OT

Discusión: véase la subsección 2.8.

Material necesario: comparador colorimétrico para el cloro residual, disco y tubos de ensayo de 13 milímetros: véase la subsección 5.6.

Indicador de ortotolidina (use 0,5 milímetros, 10 gotas, para 10 mililitros de la muestra: véase la subsección 5.9).

Etapas de la determinación

1) Verifique si el aparato tiene el disco correcto.
2) Lave los tubos de ensayo con agua destilada.
3) Coloque 10 mililitros de la muestra en un tubo de ensayo y 0,5 mililitros de ortotolidina en otra.

4) Vierta el agua de la muestra del primer tubo de ensayo en el segundo, sobre el reactivo, y coloque este tubo de ensayo al lado derecho del aparato.
5) Llene el primer tubo de ensayo nuevamente con agua de la muestra y colóquela al lado izquierdo del aparato.
6) Gire el disco hasta que los colores coincidan.

Lectura

Haga las siguientes lecturas.

Casos posibles:

a) coincidencia de colores: lea el cloro residual directamente.
b) color ubicado entre los colores de ambos filtros: obtenga el cloro residual por la media aritmética.
c) el color es igual o más intenso que el de mayor lectura del disco: haga una dilución con agua destilada y repita la determinación.

Cálculo para la dilución

Con la mitad del agua destilada, multiplique la lectura por 2. Para ello, utilice 20 mililitros de la muestra y complete con agua destilada hasta 100 mililitros. Multiplique por 5 el resultado de la lectura.

Método OTA

Material necesario:
comparador, disco para cloro (0,1 a 2,0 ppm);
tubos de ensayo de 13 milímetros.

Reactivos:
solución de metaarsenito de sodio 0,5 mililitros (10 gotas para 10 mililitros de la muestra);
solución de ortotolidina 0,5 mililitros (10 gotas para 10 mililitros de la muestra).

Etapas de la determinación

1) Tubo de ensayo A

   a) Consiga tres tubos de ensayo de 13 milímetros limpios y lavados con agua destilada: en el primero, coloque 10 mililitros de la muestra de agua; en el segundo, 0,5 mililitros de orto-tolidina; y en el tercero, 0,5 mililitros de arsenito.

   b) Vierta la muestra de agua del primer tubo de ensayo al segundo, sobre la ortotolidina, y después de cinco segundos, el segundo tubo de ensayo sobre el que contiene arsenito.

   c) Espere cinco segundos para que la muestra de agua haga contacto con la ortotolidina; esta espera se debe observar rigurosamente. Coloque este tubo de ensayo al lado derecho del aparato.

   d) Lave el otro tubo de ensayo y llénelo con agua de la muestra. Luego, colóquelo al lado izquierdo del aparato.

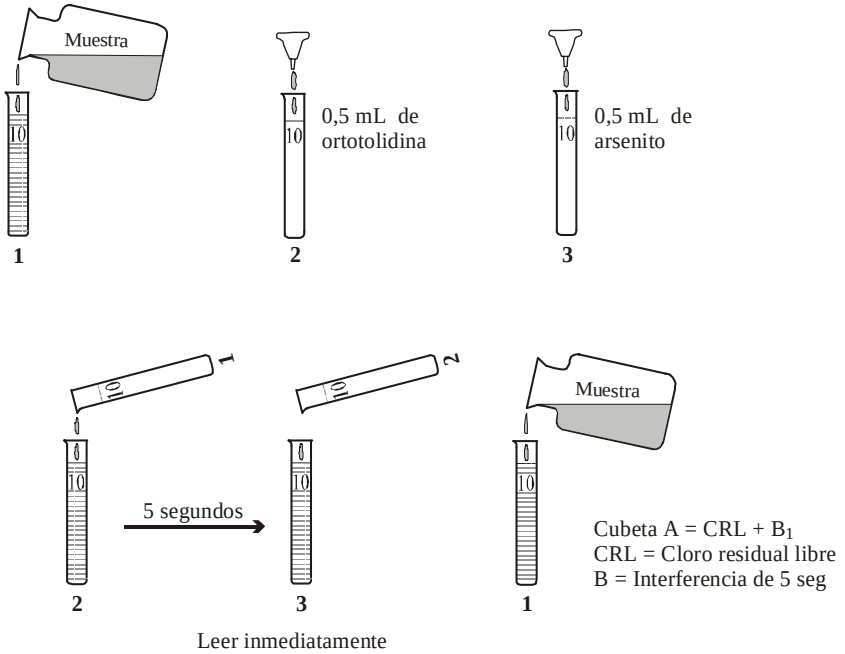
Lectura: inmediatamente.

Cloro residual libre, más interferencia B (a los cinco segundos).

2) Tubo de ensayo B

   a) Tome tres tubos de ensayo de 13 milímetros limpios y lavados con agua destilada; coloque 10 mililitros de la muestra de

Figura 9



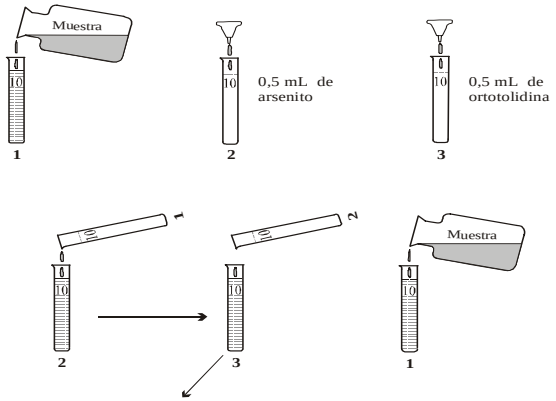
   agua en el primero; 0,5 mililitros de arsenito en el segundo; y 0,5 mililitros del reactivo ortotolidina en el tercero.

   b) Vierta la muestra del primer al segundo tubo de ensayo, sobre el arsenito, y este último sobre el tercer tubo de ensayo, con 0,5 mililitros del reactivo ortotolidina. Luego colóquela al lado derecho del aparato.

   c) Lave y llene un tubo de ensayo con agua de la muestra y colóquelo al lado izquierdo del aparato. Haga dos lecturas.

   d) Transcurridos cinco segundos, haga la primera lectura: interferencia B_1. Transcurridos otros cinco minutos, haga la segunda lectura: interferencia B_2.

Figura 10



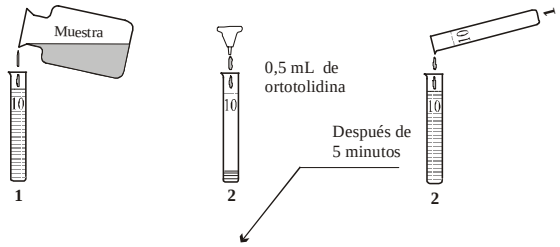
3) Tubo de ensayo C

a) Tome dos tubos de ensayo de 13 milímetros; coloque 10 mililitros de la muestra de agua en el primero y 0,5 mililitros de ortotolidina en el segundo.
b) Vierta el contenido del primer tubo de ensayo en el segundo, sobre la ortotolidina.
c) Haga la lectura después de cinco minutos.

Lectura

El cloro residual libre, junto con el cloro residual combinado, y la interferencia B_2 (transcurridos cinco minutos).

Figura 11

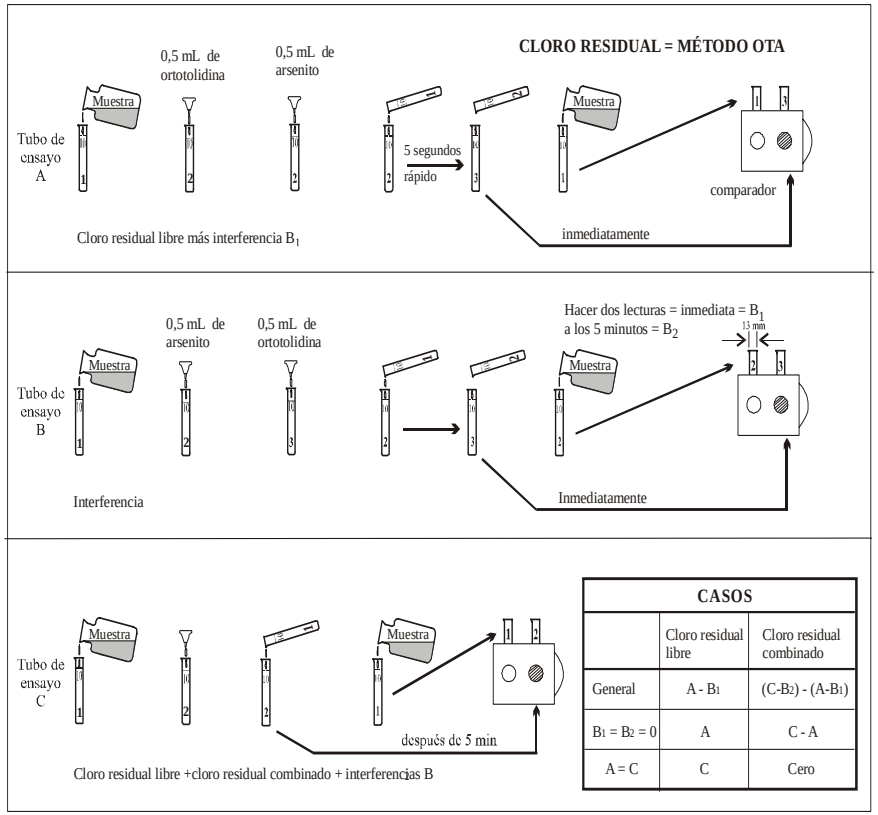


Cubeta C = CRL + CRC = B_2

Resultados

Tubo de ensayo A = B_1 = cloro residual libre;
= interferencia después de cinco segundos.
Tubo de ensayo B = B_1 = interferencia después de cinco minutos;
B_2 = interferencia después de cinco minutos.
Tubo de ensayo C = (C - B_2) - (A - B_1) = cloro residual combinado.

Figura 12



3.9 Oxígeno consumido

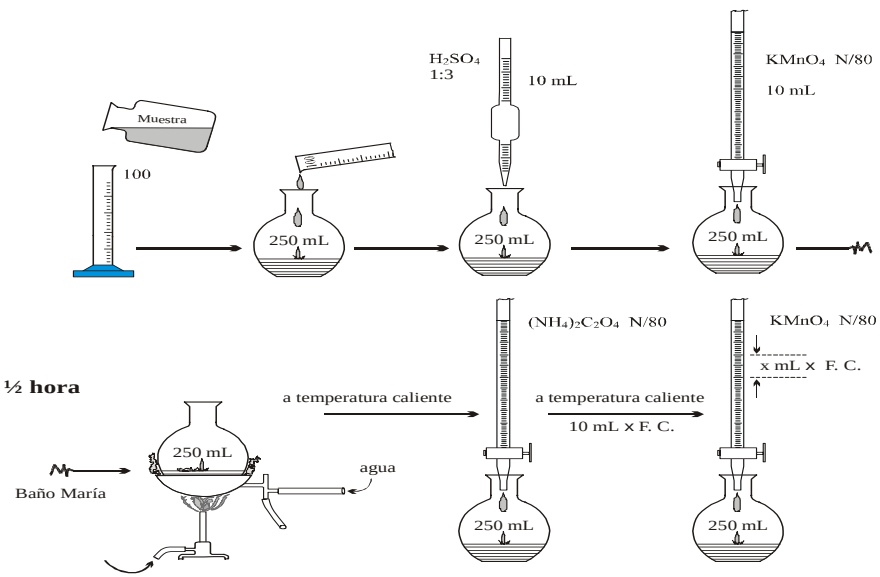
Discusión: 2.9

Material necesario:
Reactivos:
solución de H_2SO_4: véase la subsección 5.14;
solución de $(NH_4)_2C_2O_4$ N / 80 (0,125 N): véase la subsección 5.12, y
solución de $KMnO_4$ N / 80 (0,0125 N): véase la subsección 5.13.

Material de vidrio:
dos buretas de 50 mililitros;
una probeta de 100 mililitros;
un matraz de fondo chato de 250 mL para cada muestra.

Aparatos:
instrumental de baño María para tres pruebas o mechero Bunsen con trípode y rejilla de asbesto.

Figura 13



Etapas de la determinación

1) Agite la muestra.
2) Coloque 100 mililitros de la muestra en un matraz de fondo chato de 250 mililitros.
3) Agregue 10 mililitros de ácido sulfúrico.
4) Con la bureta, incorpore exactamente 10 mililitros de solución de permanganato N / 80 en el matraz.
5) Caliente en baño María por media hora o hierva durante 10 minutos en un mechero Bunsen (señale el tiempo transcurrido después del inicio de la ebullición).
6) Agregue mediante la bureta oxalato de amonio N / 80 en una cantidad igual al número de mililitros de $KMnO_4$ N / 80 x F. C. (factor de corrección) del permanganato.
7) Titule con permanganato hasta que obtenga una coloración ligeramente rosada.

Resultado

Mililitros de $KMnO_4$ N / 80 empleados x F. C. es igual a ppm del oxígeno consumido. Si este último es superior a 10 ppm, el permanganato va a decolorar (quinta etapa) por calentamiento; si eso ocurre, agregue 10 mililitros más de permanganato y deje media hora en baño María según las etapas normales. Se puede producir una nueva decoloración; en ese caso, diluya la muestra con agua destilada y haga una nueva determinación.

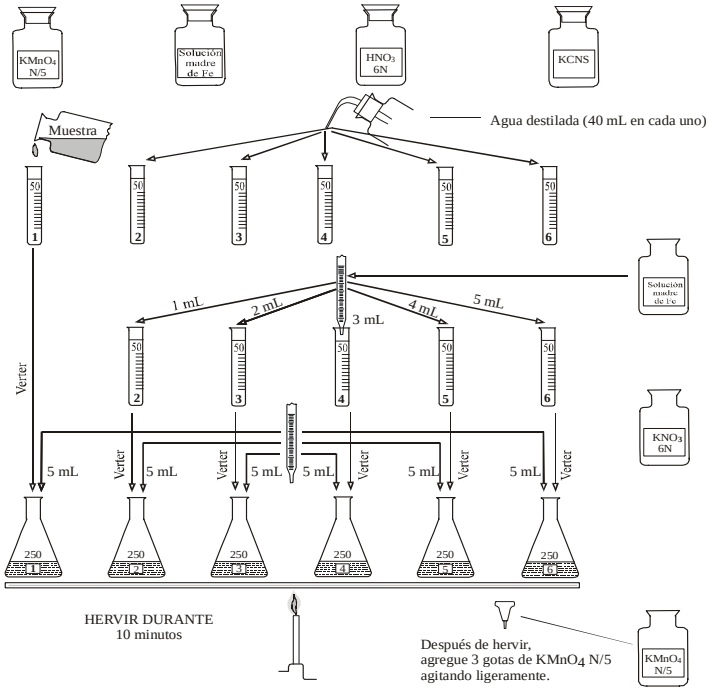
3.10 Hierro total

Discusión: véase la subsección 2.10.

Material necesario:
Reactivos:
permanganato de potasio N/5: véase la subsección 4.5;
solución madre de hierro: véase la subsección 5.16;
ácido nítrico 6N: véase la subsección 5.17, y
tiocianato de potasio: véase la subsección 2.18.

Material de vidrio:
dos pipetas graduadas de 10 mililitros;
una pipeta graduada de un mililitro;
seis frascos Erlenmeyer de 250 mililitros, y
seis tubos Nessler de 50 mililitros.

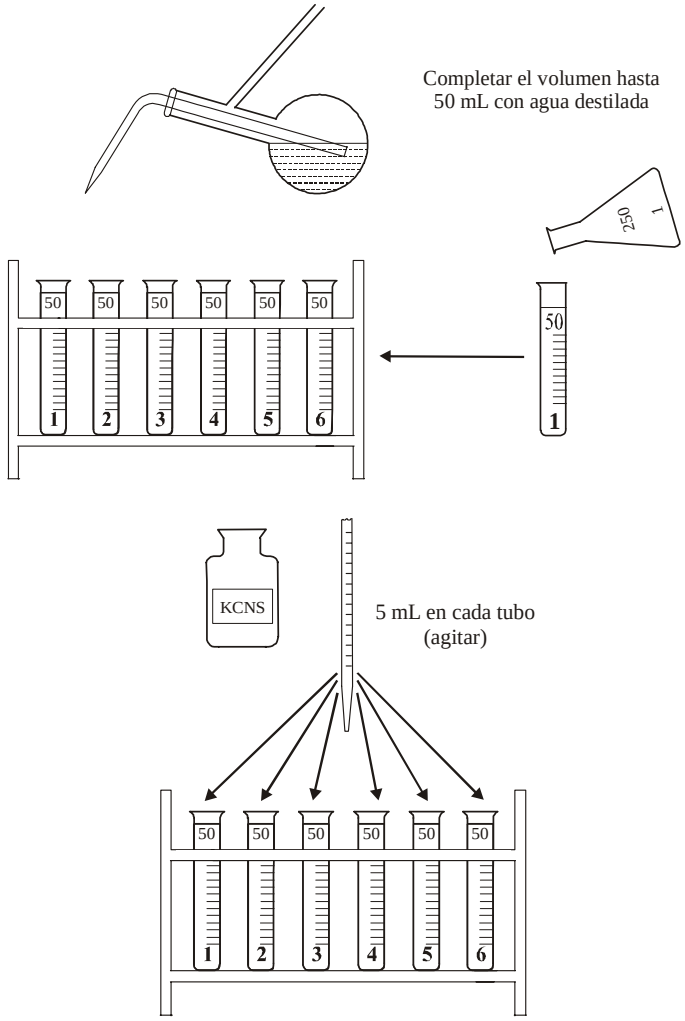
Figura 14



Hierro total

Cuando está completamente frío, transfiera el contenido a los tubos Nessler:

Figura 15



Compare el tubo 1 con los tubos patrón

Etapas de la determinación

1) Coloque seis tubos Nessler de 50 mililitros en el soporte.

2) En el primer tubo incorpore 50 mililitros de agua de la muestra y en los demás, 40 mililitros de agua destilada.

3) En los tubos con agua destilada haga cinco tubos patrón de hierro; para ello añada uno, dos, tres, cuatro y cinco mililitros de la solución madre (o solución patrón) de hierro.

   Por lo tanto, los tubos estarán con 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 y 1,0 ppm de hierro, respectivamente.

4) Vierta el contenido de los seis tubos en frascos Erlenmeyer de 250 mililitros, numerados.

5) Agregue cinco mililitros de ácido nítrico 6 N en cada Erlenmeyer y hierva durante 10 minutos. Retire del fuego e incorpore tres gotas de permanganato de potasio N/5 y agite ligeramente (mientras esté caliente).

6) Cuando esté completamente frío, coloque el contenido de los frascos en los tubos Nessler y complete los volúmenes con agua destilada hasta 50 mililitros (pérdida por evaporación).

7) Agregue cinco mililitros de tiocianato de potasio en cada tubo y agite, por inversión.

8) Compare el color de la muestra con el de los tubos patrón.

9) Si el color coincide, el resultado obtenido en ppm de Fe corresponde al valor del tubo patrón. Si el color está comprendido entre dos tubos, obtenga el valor medio (media aritmética).

10) Si el color es superior a una ppm, haga una dilución de la muestra y de los tubos patrón, hasta dos ppm.

3.11 Alúmina residual

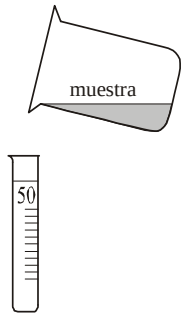
Discusión: véase la sección 2.11.
Material necesario:
cuatro pipetas graduadas de un mililitro;
seis tubos Nessler de 50 mililitros, y
un soporte para seis tubos Nessler.

Reactivos:
soluciones madre de alúmina: véase la sección 5.21;
hematoxilina: véase la sección 5.22;
ácido acético a 30%: véase la sección 5.23, y
carbonato de amonio saturado: véase la sección 5.24.

Etapas de la determinación

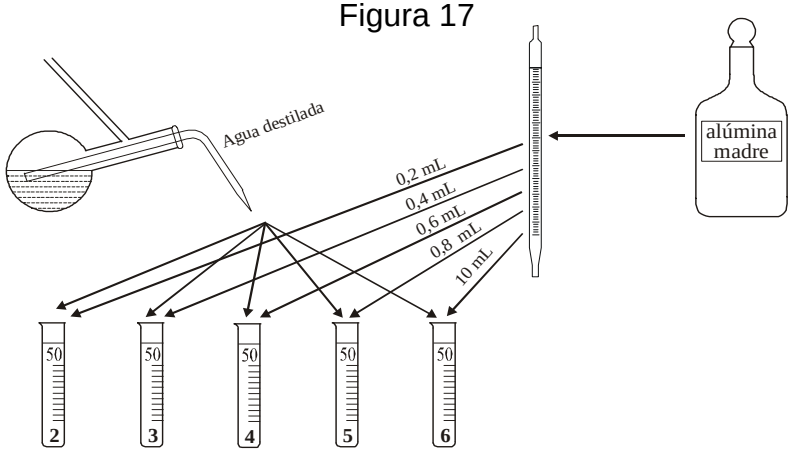
1) Coloque 50 mililitros de agua de la muestra en un tubo Nessler.

Figura 16



2) Prepare los tubos patrón con 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 y 1,0 mililitros de la solución madre o patrón en cada uno de los cinco tubos restantes y complete el volumen con agua destilada hasta 50 mililitros.

Figura 17



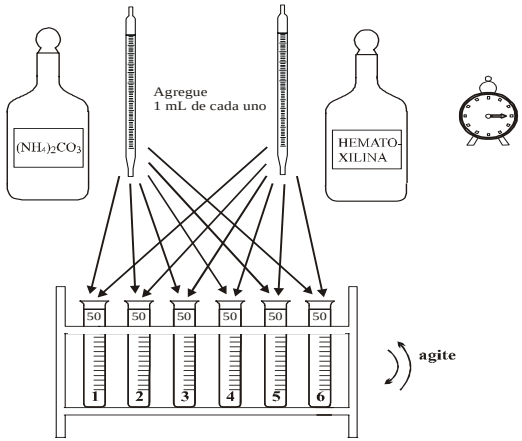
Alúmina residual

3) Agregue un mililitro de la solución de carbonato de amonio en el tubo de la muestra y los tubos patrón.

4) Incorpore un mililitro de la solución de hematoxilina en cada tubo.

5) Agite por inversión y deje reposar durante 15 minutos.

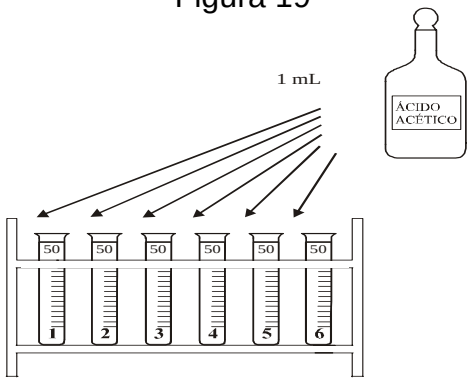
Figura 18



6) Agregue un mililitro de la solución de ácido acético al 30% y agite nuevamente.

7) Compare el color formado con los tubos patrón. Los colores producidos por pequeñas concentraciones se pueden comparar con más facilidad mirando por la boca del tubo.

Figura 19



Compare el tubo 1 con los tubos patrón

3.12 pHs (ensayo de mármol)

Discusión: véase la sección 2.16.

Material necesario: un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.
Material de vidrio: $CaCO_3$ ppt (carbonato de calcio puro precipitado).

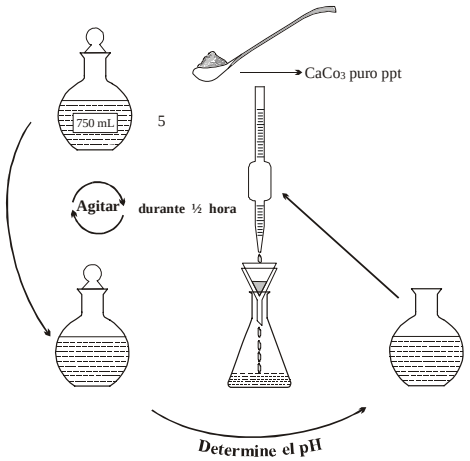
Etapas de la determinación

1) Coloque 750 mililitros de agua filtrada, sin corrección, en un matraz de 1.000 mililitros.

2) Determine el pH y la alcalinidad (I) de dicha agua y luego agregue carbonato de calcio puro precipitado ($CaCO_3$) en una proporción de dos gramos (una cucharadita) para cada 150 mililitros de agua.

3) Agite durante media hora; deje decantar y filtrar.

Figura 20



4) Determine el pH nuevamente.

5) Agite nuevamente durante media hora; deje decantar y filtrar. Determine el pH. Repita la operación hasta que el pH sea constante.

El pHs será el pH constante encontrado. Determine la alcalinidad (II) de la última muestra filtrada.

Alcalinidad II > alcalinidad I = agua corrosiva;
alcalinidad II = alcalinidad I = agua no corrosiva, y
alcalinidad II < alcalinidad I = agua incrustante.

pHs (véase el Gráfico 3)

Discusión: véase la sección 2.12.

Material necesario:
una varilla de vidrio;
un vaso de 2.000 mililitros;
cinco frascos de 250 mililitros, con tapa de vidrio achaflanada;

carbonato de calcio ppt puro (producto químico), y
solución saturada de hidróxido de calcio: véase la sección 5.20.

Etapas de la determinación

1) En un vaso de 2.000 mililitros coloque aproximadamente 1.800 mililitros de agua filtrada sin corrección.

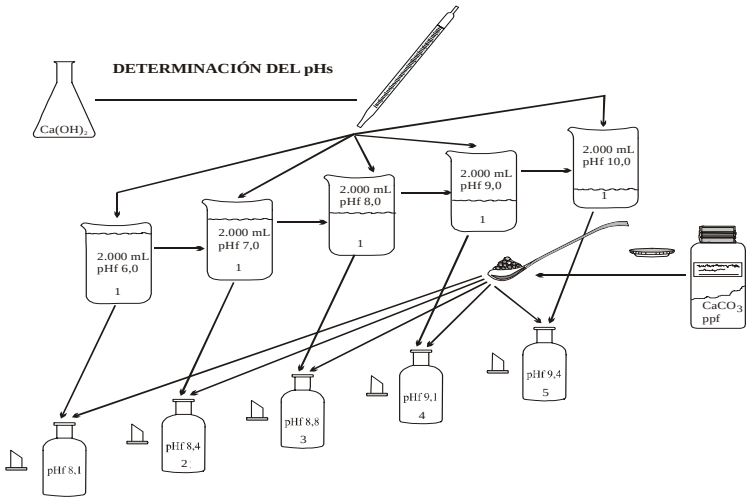
2) Determine el pH de dicha agua (I) y regístrelo.

3) Tome cinco frascos de 250 mililitros con tapa de vidrio achaflanada (numerados del 1 al 5) y coloque en su interior aproximadamente tres gramos de $CaCO_3$ ppt puro.

4) Llene el frasco 1 con el agua del vaso. Tápelo y agítelo durante cinco minutos.

5) Agregue una porción de la solución saturada de hidróxido de calcio al agua del vaso (para aumentar el pH). Determine el pH y regístrelo.

Figura 21



6) Llene el frasco 2 con el agua del vaso (pH aumentado). Tápelo sin dejar aire en su interior y agítelo durante cinco minutos.

7) Agregue una nueva porción de la solución saturada de hidróxido de calcio, repita los pasos 5 y 6, y así sucesivamente hasta el frasco 5.

8) Deje decantar.

9) Retire una muestra de cada uno de los frascos, filtre separadamente con papel de filtro y determine el pH de cada muestra. Elabore con estos datos una tabla como la siguiente.

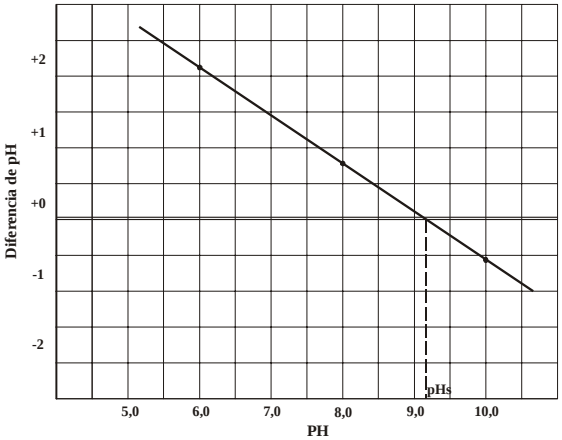
Tabla 4

FRASCO	pH INICIAL	pH FINAL	pHF - pHI
1	6,0	8,1	+ 2,1
2	7,0	8,4	+ 1,4
3	8,0	8,8	+ 0,8
4	9,0	9,1	+ 0,1
5	10,0	9,4	- 0,6

Nota: pHf = pH final; pHi = pH inicial.
La cuarta columna indica la diferencia de ambos.

10) Los datos de la cuarta columna se colocan en el gráfico y se traza una recta uniendo los puntos; la recta cortará la línea cero (0) en el pHs (pH de saturación), que en el ejemplo sería el pH = 9,1.

Gráfico 3



3.13 Flúor

Material necesario:
Soluciones:
patrón de fluoruro de sodio 0,005 mg de F/mL: véase la sección 5.25;
circonil: véase la sección 5.26, y
rojo de alizarina: véase la sección 5.27.

Material de vidrio:
tres pipetas graduadas de 10 mililitros;
tres tubos Nessler de 50 mililitros, y
soporte para tubos Nessler.

Etapas de la determinación

1) Coloque los tres tubos Nessler en un soporte. En el tubo 1 coloque 50 mililitros de agua de muestra y aproximadamente 40 mililitros de agua destilada en los tubos 2 y 3.

2) Agregue siete mililitros de la solución madre de flúor en el tubo 2 y nueve mililitros en el tubo 3. Obtendrá dos patrones: uno de 0,7 y otro de 0,9 ppm de flúor.

3) Complete el volumen de los tubos 2 y 3 con agua destilada.

4) Espere una hora para que la temperatura se normalice.

5) Coloque 2,5 mililitros de solución ácida de oxicloruro de circonio y 2,5 mililitros de rojo de alizarina en cada tubo; agite y deje en reposo por una hora.

6) Compare los tres tubos contra un fondo blanco.

Nota: se eligieron los patrones 0,7 y 0,9 ppm porque la dosis de flúor agregado al agua debería estar cerca de 0,8 ppm; si esto no sucede y el resultado no coincide (es decir, si es mayor o menor que el esperado), haga una nueva determinación con otros patrones.

Interferencias

El residuo de cloro incrementa el valor.

Coloque 50 mililitros de la muestra, una gota de arsenito por cada 0,2 ppm de cloro residual y una gota más en exceso.

Turbidez alta: filtre.

3.14 Oxígeno disuelto (método de Winkler)

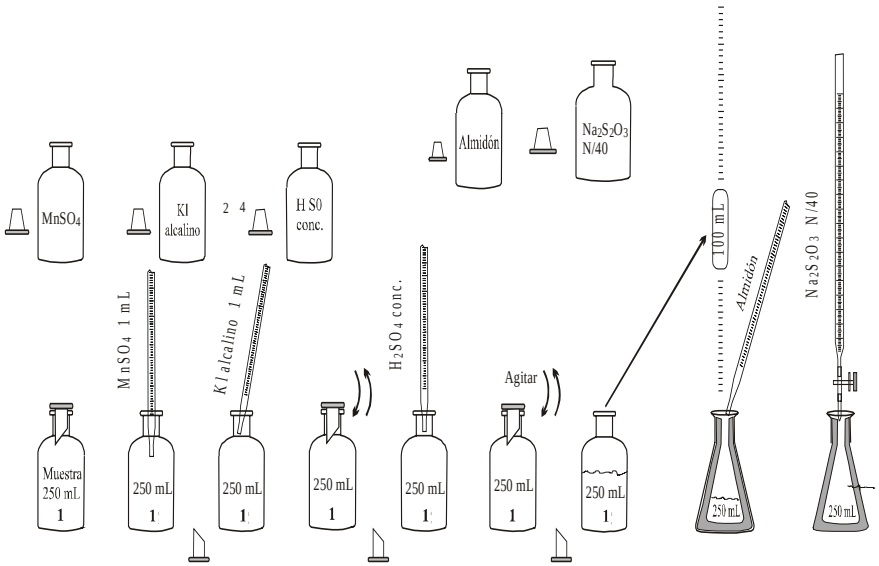
Discusión: véase la sección 2.14.

Método específico de recolección.
Material necesario:
Reactivos:
solución N / 40 de tiosulfato de sodio: véase la sección 5.28;

solución de sulfato de manganeso: véase la sección 5.20;
solución de yoduro de potasio alcalino: véase la sección 5.30;
solución de almidón: véase la sección 5.31, y
ácido sulfúrico concentrado p. a.

Material de vidrio:
tres pipetas de cinco mililitros graduadas;
una pipeta volumétrica de 100 mililitros;
un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros, y
un frasco de vidrio de 250 mililitros, con tapa achaflanada y esmerilada.

Figura 22



Determinación del oxígeno disuelto

Etapas de la determinación

1) Recolectar la muestra según la técnica descrita, cuidando de no dejar burbujas de aire al tapar el frasco.
2) Destape y agregue un mililitro de sulfato de manganeso; luego agregue un mililitro de yoduro de potasio alcalino con la punta de la pipeta siempre sumergida en el agua.
3) Tape el frasco y agite por inversión. Si se forma una suspensión lechosa, no contiene oxígeno disuelto.
4) Cuando se forme un precipitado marrón, agite nuevamente y deje decantar durante cinco minutos.
5) Coloque un mililitro de ácido sulfúrico concentrado y agite otra vez hasta que el precipitado se diluya por completo.
6) Pipetee exactamente 100 mililitros del contenido y colóquelo en un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros (con una pipeta volumétrica).
7) Agregue tiosulfato de sodio N / 40 por la bureta con una solución de almidón como indicador.

Cálculo

Mililitros de tiosulfato utilizadox 2 = ppm de O_2 disuelto.

3.15 Dureza

Dureza (método del jabón)
Discusión: véase la sección 2.15.
Material necesario:
Material de vidrio:
una bureta de 20 mililitros;

una pipeta volumétrica de 50 mililitros;
un frasco de vidrio neutro de boca ancha y tapa esmerilada, de 125 mililitros.

Soluciones:

solución de jabón : véase la sección 5.32.

Etapas de la determinación

1) Llene la bureta con la solución de jabón.
2) Pipetee 50 mililitros de la muestra de agua y transfiérala al frasco de 125 mililitros de boca ancha.
3) Por la bureta agregue la solución de jabón en pequeñas porciones (0,5 mililitros), tape y agite el frasco vigorosamente con cada adición (observe que haya espuma).
4) Cuando se aproxima el punto final, reduzca la adición a 0,1 mililitros.
5) Cuando obtenga una espuma persistente en el frasco, durante cinco minutos, anote la cantidad de solución utilizada.
6) Continúe agregando la solución de jabón en pequeñas cantidades y agite como se hizo anteriormente. Si con este procedimiento la espuma desaparece, quiere decir que el punto final anterior era falso y que hay dureza debido al magnesio.

Continúe agregando la solución de jabón hasta que se forme una nueva espuma persistente, durante cinco minutos. Anote la cantidad de solución utilizada. Si la espuma se mantiene constante, el consumo de jabón es el de la primera lectura (paso 5).

Cálculo

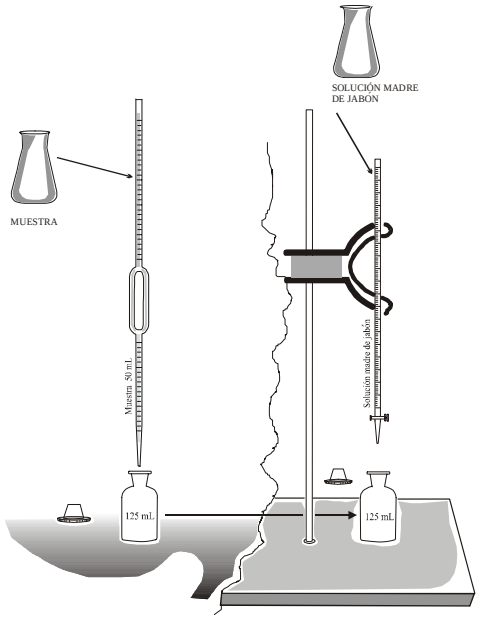
La dureza total se puede obtener con la siguiente fórmula:

$$\frac{[mL \text{ de solución de jabón (paso 5 ó 6)} - FE \times 1.000]}{mL \text{ de la muestra}} = \begin{matrix} ppm \text{ de dureza} \\ \text{total en } CaCO_3 \end{matrix}$$

Observaciones: si la cantidad de solución utilizada fuera cercana a 14 mililitros, repita el proceso con menos cantidad de muestra de agua, y añada agua destilada recién hervida y fría hasta obtener 50 mililitros.

FE = factor espuma = cantidad de jabón (en mililitros) necesaria para producir espuma persistente, por cinco minutos, en 50 mililitros de agua destilada.

Figura 23



Dureza (método de la soda reactiva)

Discusión: véase la sección 2.15.

Material necesario:
indicador: anaranjado de metilo: véase la sección 5.1;
reactivos: ácido sulfúrico N / 50: véase la sección 5.2;
reactivo de soda: véase la sección 5.33.

Aparatos:
dos mecheros Bunsen.

Material de vidrio:
dos matraces volumétricos de 200 mililitros;
dos frascos Erlenmeyer de 250 mililitros;
dos frascos Erlenmeyer de 500 mililitros;
dos buretas de 50 mililitros;
dos pipetas volumétricas de 100 mililitros, y
dos pipetas volumétricas de 50 mililitros.

Materiales diversos:
dos trípodes de hierro;
dos rejillas de asbesto.

Etapas de la determinación

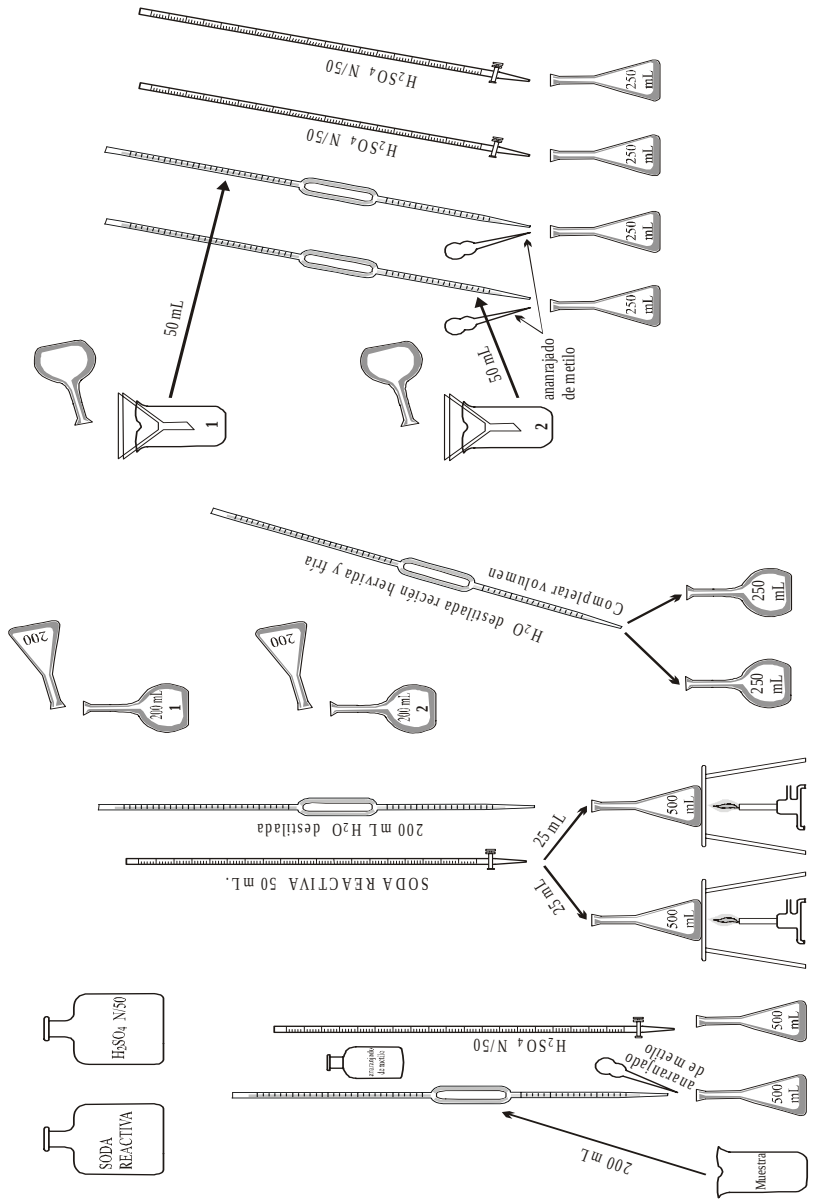
1) Pipetee 200 mililitros de la muestra de agua y transfiérala a un frasco Erlenmeyer de 500 mililitros.

2) Agregue tres gotas del indicador anaranjado de metilo.

3) Agregue H_2SO_4 N / 50 (0,02 N) hasta que el indicador vire (toda la dureza temporal se transformará en dureza permanente).

4) Pipetee 200 mililitros de agua destilada y colóquela en otro Erlenmeyer de 500 mililitros.

Figura 24



Determinación de la dureza. Método de la soda reactiva

5) Hierva el agua de los dos Erlenmeyer durante cinco minutos (remoción de CO_2).

6) Con una bureta, agregue 25 mililitros de soda reactiva en cada frasco Erlenmeyer y hierva durante 10 minutos o hasta que el volumen se reduzca a aproximadamente 150 mililitros. Cuando se agrega la soda reactiva, el calcio y el magnesio se precipitan; el primero en forma de $CaCO_3$ y el segundo, como $Mg(OH)_2$.

7) Enfríe y traslade el contenido de los dos frascos Erlenmeyer a los frascos volumétricos de 200 mililitros.

8) Lave los Erlenmeyer con pequeñas cantidades de agua destilada caliente y traslade el agua de lavado a los respectivos frascos volumétricos de 200 mililitros.

9) Agite. Complete el volumen de los dos matraces con agua destilada recién hervida y fría. Agite una vez más.

10) Filtre cada solución sin considerar los primeros 50 mililitros.

11) Traslade 50 mililitros de cada solución filtrada a un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros. Agregue tres gotas de anaranjado de metilo en cada muestra y titule con H_2SO_4 N / 50.

12) Anote la cantidad de mililitros de H_2SO_4 utilizados en cada titulación.

Calcular:

Mililitros de H_2SO_4 N / 50 (0,02 N) utilizados con la muestra de agua destilada, menos los mililitros de ácido empleados con la muestra del agua que se va a analizar; multiplique por 20, y dará ..... ppm (mg/L) de dureza total en $CaCO_3$.

Ejemplo: Mililitros utilizados con el agua destilada 28,7
Mililitros utilizados con el agua de muestra 19,6
Diferencia 9,1

9,1 x 20 = 182,0 ppm de dureza en $CaCO_3$

Dureza (EDTA)

Discusión: véase la sección 2.15.
Material necesario:
cristales de NaCN (cianuro de sodio): véase la sección 5.35.

Soluciones:
solución amortiguadora: véase la sección 5.36;
titulador EDTA: véase la sección 5.38;
indicador sólido: negro de eriocromo: véase la sección 5.37.

Material de vidrio:
una bureta de 25 mililitros;
dos frascos Erlenmeyer de 250 mililitros;
una pipeta graduada de cinco mililitros;
dos pipetas volumétricas de 50 mililitros, y
dos espátulas.

Etapas de la determinación

1) Llene la bureta con el titulador EDTA.
2) Pipetee el volumen apropiado de la muestra de agua que se va a analizar, según la variación de la dureza.

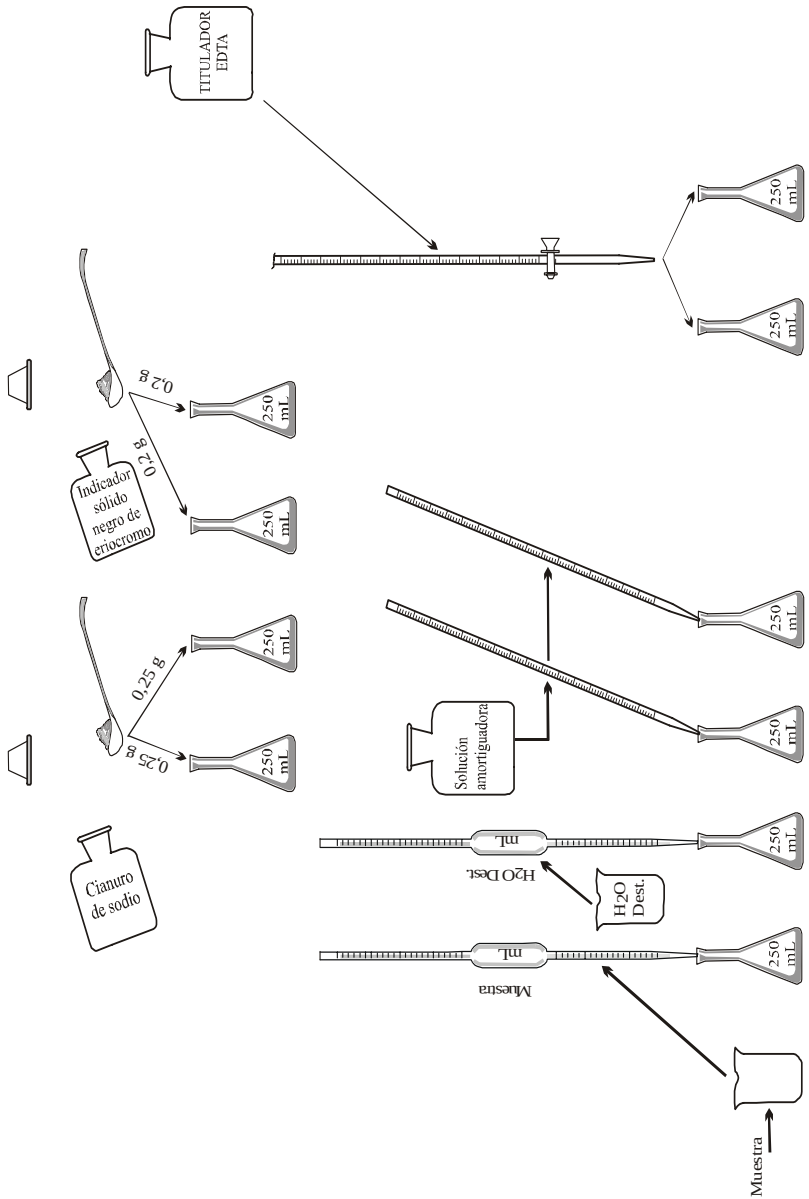
Tabla 5

Volumen de la muestra (mL)	Variación de la dureza (mg/L de $CaCO_3$)
50	0 Š 300
25	301 Š 600
10	601 Š 1.500

Si solo necesita una muestra de 25 mililitros, agregue 25 mililitros de agua destilada para aumentar el volumen a 50 mililitros. Si la muestra requerida es de 10 mililitros, complete el volumen de 50 mililitros con 40 mililitros de agua destilada.

3) Prepare la prueba blanco de comparación con 50 mililitros de agua destilada en otro Erlenmeyer de 250 mililitros (frasco II).
4) Mida 0,25 gramos de cristales de cianuro de sodio con la espátula y agréguelos a la prueba blanco de comparación (frasco II) y 0,25 gramos a la muestra (frasco I). Agite para disolver los cristales.
5) Agregue de uno a dos mililitros de solución amortiguadora a la prueba blanco de comparación de color (frasco II) y a la muestra (frasco I). Agite.
6) Con la otra espátula, agregue una parte (aproximadamente 0,2 gramos) del indicador sólido a la prueba blanco (frasco II) y a la muestra (frasco I). Agite para disolver.
7) Agregue con cuidado, partiendo desde cero en la bureta y una por una, gotas de EDTA a la prueba blanco hasta que el color rojizo se vuelva azul brillante.

Figura 25



Dureza: determinación por el método EDTA

La reacción es lenta. Agite bien al agregar cada gota. Algunas veces una gota es suficiente; otras veces, se necesitan hasta tres o cuatro gotas. Registre los mililitros usados en la operación.

8) Si la muestra (frasco I) se vuelve roja o anaranjada en el punto 6, agregue, gradualmente, el titulador EDTA (con la bureta desde cero). Agite el frasco constantemente. La reacción es lenta; eche las gotas pausadamente. Incorpore el titulador hasta que el color rojo adquiera un tono anaranjado. En ese punto, deje de agregar el titulador por 10 segundos, pero sin dejar de agitar el frasco.

9) Siga agregando el titulador, sin dejar de agitar, gota a gota (pausadamente), hasta que se produzca el cambio de color; es decir, hasta que el color anaranjado tome el mismo color azul brillante de la prueba en blanco. Esto lo producirán entre una y cuatro gotas.

10) Registre la lectura de la bureta.

Cálculo

Mililitros de titulador EDTA utilizado en los pasos 2 y 8 menos los mililitros del titulador EDTA utilizados en los pasos 1 y 7 = D.

D *x* factor = ppm (mg/L) de dureza en $CaCO_3$

Use el siguiente factor según el volumen de agua de muestra utilizado:

Tabla 6

Volumen de la muestra (mL)	Factor
50	20
25	40
10	100

Advertencia: la muestra de agua que se va a analizar debe estar libre de color y turbidez, pues estas características podrían afectar la coloración y el viraje de color. La titulación se debe completar dentro del lapso de cinco minutos, contados desde el instante en que se agregó la solución amortiguadora. La solución amortiguadora y la mezcla del indicador sólido, por estar sujetas a alteraciones, se deben conservar en frascos bien cerrados. La presencia de color verde claro al final de la titulación significa que se necesita una nueva cantidad de indicador.

3.16 Ensayo de coagulación

Discusión: véase la sección 2.16.
Material necesario:
Aparatos:
aparato para ensayo de coagulación;
comparador pH, y
disco para pH.

Indicadores:
azul de bromotimol;
rojo de metilo.

Soluciones:
sulfato de aluminio 1%: véase la sección 5.5;
solución saturada de $Ca(OH)_2$: véase la sección 5.20.

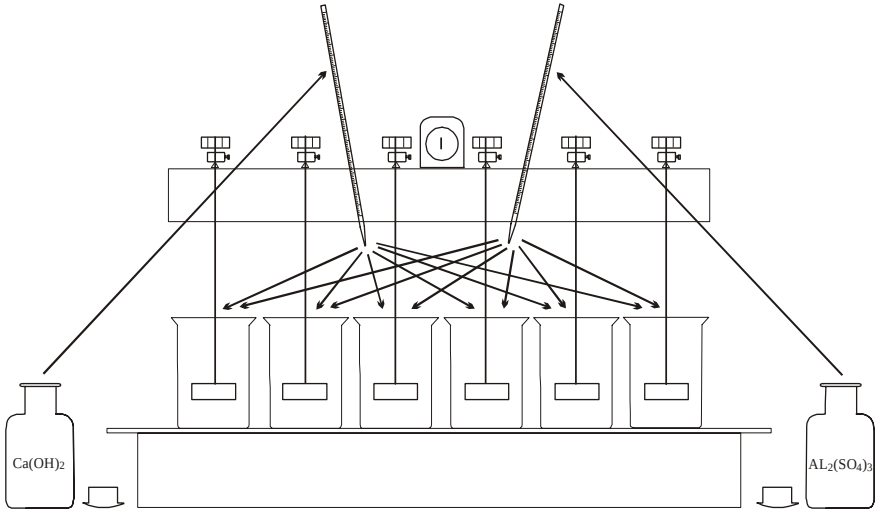
Material de vidrio:
una probeta de mil mililitros;
dos pipetas graduadas de cinco mililitros, y
tres pipetas graduadas de diez mililitros.

Etapas de la determinación

a) cuando la alcalinidad natural del agua es suficiente (véase la discusión en 2.16).

1) Después de haber determinado el pH, la turbidez, la alcalinidad y el color, y mientras el agitador funciona con las primeras dosis, determine el oxígeno consumido del agua cruda.
2) Enumere los recipientes del agitador del 1 al 6; coloque en cada recipiente un litro del agua que se va a tratar y agite.
3) Con una pipeta graduada, incorpore sulfato de aluminio en cada vaso, en una cantidad relacionada con la turbidez del agua cruda y en orden creciente a partir del 1.
4) Agite durante 15 minutos. Observe el tiempo de formación de floc y anote en el cuadro los resultados.
5) Deje de agitar.
6) Deje reposar y anote el tiempo de decantación en cada vaso. Observe la calidad del floc (tamaño de la cabeza de un alfiler).
7) Transcurridos 30 minutos, observe el decantado y el aspecto del agua (transparencia).

Figura 26



Ensayo de coagulación

8) Los resultados de la decantación se pueden clasificar de la siguiente manera: 1= mala; 2 = regular; 3 = buena; 4 = óptima.

9) Retire cuidadosamente, mediante succión, el contenido del recipiente de mejor calidad que se haya obtenido, y efectúe las determinaciones de pH, turbidez y color.

10) Si el mejor resultado corresponde al recipiente 1 al 6, repita el ensayo, tomando ese resultado como término medio; es decir, haga nuevas dosis, mayores y menores a las utilizadas en ese recipiente.

11) Se considerará como mínima la dosis del recipiente que presente el menor número de agua con turbidez y color.

Tabla 7
Cuadro de resultados

Recipiente	Sultato	Agua de cal	Inicio de floculación	Tiempo de decantación	pH	Aspecto, limpieza
1						
2						
3						
4						
5						
6						

pH óptimo de floculación

1) Repita el ensayo. Coloque en todos los recipientes la dosis de sulfato de aluminio considerado como mínimo en el primer ensayo y varíe el pH de floculación agregando cantidades crecientes de cal (sobrenadante de la solución saturada de hidróxido de calcio) a los frascos 4, 5 y 6 (para variar el pH de 0,2 en 0,2) y una cantidad decreciente de la SO_4 en los frascos 1 y 2 con la misma finalidad.

2) Agite durante 15 minutos; espere que decante por 30 minutos.

3) Haga las mismas observaciones anteriores y registre en el cuadro para dar los resultados.

4) El frasco que presente menor color y menor turbidez será el que indique el pH óptimo.

Observación: la determinación de la alúmina residual del agua del vaso y del lecho, filtrada en papel de filtro, confirmará el resultado. El papel de filtro se deberá lavar previamente con agua destilada. La alúmina residual deberá ser menor a 0,3 ppm (mg/L).

Si se encuentra alúmina residual mayor de 0,3 ppm quiere decir que el pH elegido no es óptimo. La determinación del oxígeno consumido de dicha agua filtrada y el cálculo del porcentaje de reducción, en comparación con el agua cruda, permitirán conocer la dosis mínima de sulfato de aluminio. El oxígeno consumido deberá ser menor de 1,8 ppm (mg/L) y con 50% de reducción.

Cuando no se consigue dicha cantidad con esa dosis, se experimenta inmediatamente con la muestra del recipiente que tenga la dosis inmediatamente mayor de sulfato de aluminio.

Cálculo del porcentaje de reducción de oxígeno consumido

(O_2 consumido del agua cruda - O_2 consumido del agua filtrada) x 100 = O_2 consumido del agua cruda = % de reducción del O_2 consumido)

Cuando la alcalinidad natural del agua no es suficiente (véase la subsección 2.16):

1) Se determina el oxígeno consumido del agua cruda una vez determinado el pH, la turbidez, la alcalinidad y el color, y mientras el agitador funciona con las primeras dosis.
2) Enumere los recipientes del agitador del 1 al 6; coloque un litro del agua que se va a tratar en cada vaso y agite.
3) Con una pipeta graduada, coloque en todos los recipientes una solución de sulfato de aluminio necesaria para la dosis máxima, según el cuadro que compara la turbidez y la dosis de sulfato de aluminio (véase la sección 2.16).
4) Agregue en los recipientes, en forma creciente, los mililitros del material sobrenadante de la solución saturada de hidróxido de calcio, según lo sugiere el cuadro de dosis de cal (véase la sección 2.16).
5) Agite durante 15 minutos. Observe el tiempo de formación de flocs y tome nota en el cuadro de resultados.
6) Deje de agitar. Deje en reposo y anote el tiempo de decantación en cada recipiente. Observe la calidad de floc (del tamaño de la cabeza de un alfiler).
7) Transcurridos 30 minutos, observe el decantado y el aspecto del agua (transparencia).
8) El resultado de la decantación se puede clasificar de la siguiente manera: 1 = malo; 2 = regular; 3 = bueno; 4 = óptimo.
9) Retire cuidadosamente por un tubo el contenido del recipiente de mejor resultado obtenido y efectúe las determinaciones de pH, turbidez y color.
10) Si el mejor resultado coincide con el recipiente 1 ó 6, repita el ensayo y tome ese resultado como término medio; es decir, haga dosis nuevas, mayores y menores que las utilizadas en ese recipiente.
11) El pH del recipiente que presente la menor turbidez y color será considerado como el pH óptimo.
12) Repita el ensayo con dosis crecientes de sulfato de aluminio (como en el ensayo con alcalinidad natural) y procure mantener el pH óptimo de floculación en todos los recipientes.

Las dosis de cal para mantener el pH óptimo se pueden calcular con una regla de tres simple, tal como en el siguiente ejemplo:

agua: temperatura = 25°C
pH = 6,5

color = 45,0 mg/L
turbidez = 15,0 mg/L
aluminio total = 4,0 mg/L
O_2 consumido = 3,0 mg/L

Verifique el cuadro que compara la turbidez con la dosis de sulfato de aluminio: dosis máxima de sulfato de aluminio = 20 mg/L.

En el paso 3 del ensayo anterior, coloque 20 mg/L (ppm) de sulfato de aluminio en cada recipiente.

Verifique la tabla de dosis de solución saturada de hidróxido de calcio: para 20 ppm de sulfato de aluminio, se debe agregar:

Tabla 8

RECIPIENTES	1	2	3	4	5	6
mL de la solución de hidróxido de calcio	1	2	3	4	5	6

En caso de haberse elegido el recipiente 4 en el ensayo, donde se aplicó 20 ppm (mg/L) de sulfato de aluminio y 4 mL de la solución saturada de hidróxido de calcio con pH = 6,2, el pH óptimo de floculación es 6,2.

En el ensayo para determinar la dosis mínima de sulfato de aluminio se colocó:

Tabla 9

RECIPIENTES	1	2	3	4	5	6
Dosis de sulfato de aluminio ppm	5,0	8,0	12,0	15,0	18,0	20,0

Cálculo

La dosis en mililitros de solución de hidróxido de calcio (sobrenadante) para 20 ppm de sulfato de aluminio fue de:

4 mL de solución de cal;
para 12 ppm (recipiente 3) se añadirán x

$$x = \frac{4 \; x \; 12}{20} = 2{,}4 \text{ mL}$$

De esta manera, se podrá calcular la dosis en mililitros de la solución de cal para todos los recipientes y se obtendrá lo siguiente:

Tabla 10

RECIPIENTES	1	2	3	4	5	6
Solución saturada de cal	1	1,6	2,4	3,0	3,6	4,0

Nota: las dosis de solución saturada de hidróxido de calcio se podrán determinar fácilmente mediante el pH.

Todos los recipientes deberán contener agua con pH óptimo; en este caso, 6,2.

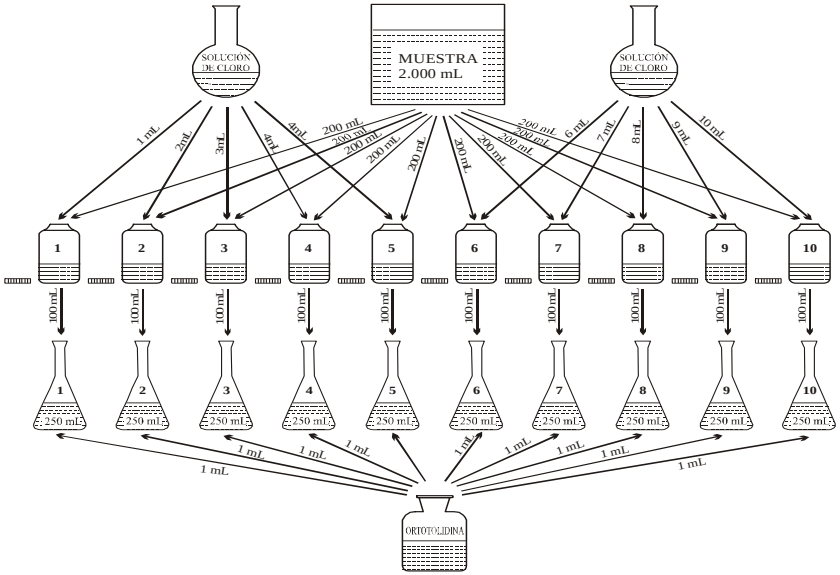
La dosis mínima se podrá elegir mediante el proceso utilizado en el ensayo con agua de alcalinidad natural suficiente.

3.17 Cloración al punto de quiebre

Discusión: véase la sección 2.17.

Materiales necesarios:
Aparatos:
comparador de cloro;
disco de cloro y tubos de ensayo.
Material de vidrio:
una batería de 10 frascos ámbar de 500 mililitros con tapa;
dos pipetas graduadas de un mililitro;
una pipeta graduada de cinco mililitros;
una pipeta volumétrica de 25 mililitros, y
diez frascos Erlenmeyer de 250 mililitros.

Figura 27



Punto de quiebre del cloro

Solución y reactivos:
solución estándar de cloro: véase la subsección 5.38;

ortotolidina reactiva: véase la subsección 5.9, y
ortotolidina de baja acidez: véase la subsección 5.10.

Etapas de la determinación

a) Enumere los frascos ámbar del 1 al 10, con la misma cantidad del agua de ensayo (200, 250 ó 300 mililitros) en cada uno.

b) Pipetee un mililitro de la solución de cloro en el frasco número 1; dos mililitros en el frasco 2; tres mililitros en el número 3, etcétera (o el volumen correspondiente a una ppm, dos ppm, tres ppm, etcétera, respectivamente).

c) Agite ligeramente cada frasco con movimiento circular, cierre y espere 30 minutos.

   Nota: observe cuánto tiempo necesita el operador para determinar el residuo total de cloro. Por ejemplo, si fueran seis minutos, la dosis de cloro de un frasco debe aplicarse en este mismo lapso, para que todos los residuales se determinen 30 minutos después de la aplicación del cloro.

d) Transcurridos 30 minutos, inicie la determinación del residuo de cloro en cada frasco:
   - € pipetee el agua del frasco;
   - € lave el tubo de ensayo I del comparador con esa agua;
   - € coloque 10 mililitros de agua en el tubo de ensayo I, previamente lavado;
   - € en el tubo de ensayo II, lavado con agua destilada, coloque 0,5 mililitros del reactivo ortotolidina;
   - € vierta el contenido del tubo de ensayo I sobre el del tubo II;
   - € espere 5 minutos, y
   - € haga la lectura (si fuera necesario, diluya el agua pipeteada en el primer paso).

e) Coloque, en el gráfico, el punto correspondiente a cada determinación del residuo.

f) Trace la curva y una los puntos encontrados para determinar el punto de quiebre.

g) En caso de ser necesario, repita el ensayo, dosifique los frascos en intervalos menores a partir de la dosis del frasco inmediatamente anterior al que sobrepasó el punto de quiebre (para tener más precisión).

Observación: para simplificar el método, a partir de (d), se puede hacer lo siguiente:

1) En un frasco Erlenmeyer numerado del 1 al 10, coloque en el frasco Erlenmeyer 1, 100 mililitros de agua del frasco ámbar 1; en el 2, 100 mililitros del agua del frasco 2, etcétera.

2) Coloque en cada frasco Erlenmeyer un mililitro del reactivo ortotolidina de baja acidez y agite en movimiento circular:

   € color azul: bajo el punto de quiebre;
   € color verde: cerca del punto de quiebre;
   € incoloro: punto de quiebre;
   € amarillo: sobre el punto de quiebre.

   Excepcionalmente se obtendrá el punto de quiebre incoloro.

3) Repita el ensayo con dosis crecientes más cercanas al intervalo de dosis entre el último frasco que presentó color verde y el primero que presentó color amarillo.

4) Si en ningún caso presenta color amarillo, repita el ensayo con dosis en cantidades superiores a las del frasco 10.

Nota: se puede usar menos o más frascos ámbar, según la precisión que se desee y la práctica del operador.

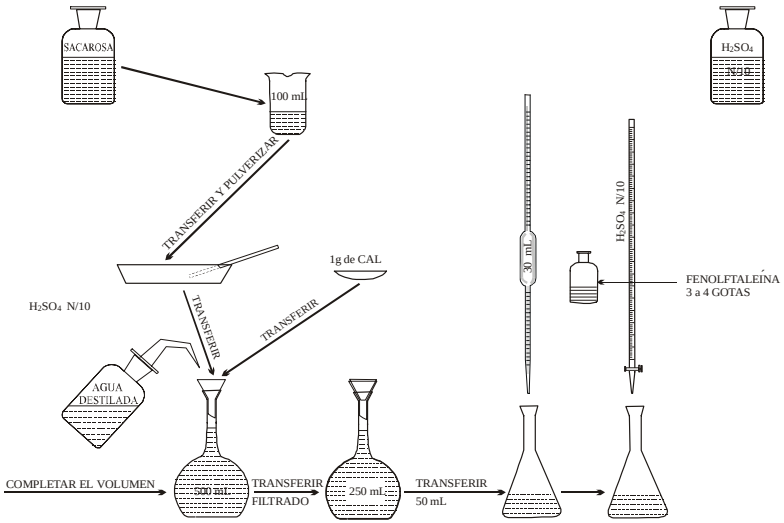
3.18 Determinación del CaO de una muestra de cal

Material necesario:
Aparatos:
una balanza analítica.
Diversos:
una espátula;
un frasco para lavado;
un mortero con mango, y
papel de filtro.

Productos químicos: sacarosa (o azúcar de caña).

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 500 mililitros;
un vidrio de reloj de 8 cm .

Figura 28



Determinación de CaO libre de una muestra de cal

un vaso de 100 mililitros;
una varilla de vidrio;
una pipeta volumétrica de 50 mililitros;
un embudo de vidrio de 15 centímetros;
un frasco Erlenmeyer de 500 mililitros;
un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros, y
una bureta de 50 mililitros.
Soluciones e indicadores:
ácido sulfúrico N / 10;
fenolftaleína.

Etapas de la determinación

a) Pese 30 gramos de sacarosa (o azúcar de caña) en el vaso de precipitado.
b) Pulverícela bien y transfiérala al matraz volumétrico de 500 mililitros con ayuda de agua destilada.
c) Pese un gramo de muestra de cal (muestra representativa) e introdúzcalo en el matraz con mucho cuidado. Luego complete el volumen con agua destilada.
d) Agite y filtre.
e) Pipetee 50 mililitros con una pipeta volumétrica y transfiéralos a un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros.
f) Agregue de tres a cuatro gotas de fenolftaleína.
g) Titule con H_2SO_4 N / 10 (ácido sulfúrico N / 10).

Cálculo

Mililitros de H_2SO_4 utilizados x 2,8 = porcentaje de CaO.

Ejemplo:

Si gasta 24,5 mililitros de H_2SO_4 0,1 N se obtendrá 24,5 x 2,8 = 68,60 de CaO.
Para $Ca(OH)_2$ use el factor de análisis (1,321).
68,60 x 1,321 = 90,6% de $Ca(OH)_2$

3.19 Gas sulfhídrico

Discusión: véase la sección 2.19.

Material necesario:
papel de filtro.

Aparatos:
instrumental de baño María;
mechero Bunsen.

Materiales diversos:
trípode de hierro;
rejilla de asbesto.

Soluciones y reactivos:
solución de acetato de plomo al 1%.

Material de vidrio:
un vaso de 100 mililitros;
una probeta de 100 mililitros.

Etapas de la determinación

a) Utilice la probeta para trasladar 50 mililitros del agua de la muestra al vaso.

b) Humedezca el papel de filtro con la solución de acetato de plomo.

c) Cubra el vaso con papel de filtro humedecido.

d) Caliente (en baño María o con el mechero Bunsen).

e) Si el papel de filtro se vuelve marrón o negro, hay H_2S.

f) Si permanece incoloro, no hay H_2S.

4. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

4.1 Carbonato de sodio (Na_2CO_3) N / 10 (0,1 N)

Material necesario:
Na_2CO_3 p. a. (producto químico);
una balanza;
una espátula, y
un frasco para lavado.

Material de vidrio:
un vidrio de reloj de 8 cm ;
un matraz volumétrico de 100 mililitros, y
un embudo de vidrio.

Equivalente gramo del carbonato de sodio

Fórmula: Na_2CO_3

Peso molecular:	2 Na	2 x 23 =	46
	1 C	1 x 12 =	12
	3 O	3 x 16 =	48
	Peso molecular		106

Molécula gramo o mol = 106 g

El anión CO_3 es bivalente: el mol se divide entre 2 para obtener el equivalente gramo = 53 g.

Cantidad de Na_2CO_3 para un litro de solución N / 10 (0,1 N)

Un equivalente gramo de Na_2CO_3 (53 g) es la sustancia disuelta necesaria para preparar un litro de solución N.

Para preparar un litro de solución N / 10 (0,1 N), se necesita una cantidad 10 veces menor de solución disuelta; es decir, 5,3 g.

Nota: esta solución se debe preparar con exactitud porque de ella se obtendrá el patrón primario para las medidas de concentración de las soluciones de ácido sulfúrico (H_2SO_4) y con este la medida de concentración de las soluciones de NaOH.

Etapas de la preparación

a) Pese exactamente 5,3 g de Na_2CO_3 libre de humedad.

b) Trasládelo, cuidadosamente, a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros con aproximadamente 250 mililitros de agua destilada.

c) Agite hasta lograr una disolución total y complete el volumen con agua destilada. Agite.

4.2 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) N / 10 (0,1 N)

Material necesario:
ácido sulfúrico (H_2SO_4) N / 10 (0,1 N).

Material de vidrio:
matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una pipeta graduada de cinco mililitros.

Equivalente gramo de ácido sulfúrico

Fórmula: H_2SO_4

Peso molecular:	2 H	=	2 x 1	= 2
	1 S	=	1 x 32	= 32
	4 O	=	4 x 16	= 64
	Peso molecular			98

Molécula gramo o mol = 98 g

El ácido sulfúrico posee 2 H sustituibles; luego, se divide el mol entre 2 para obtener el equivalente gramo = 49 g.

Peso de H_2SO_4 necesario para un litro de solución N / 10 (0,1 N)

Un equivalente gramo (49 g) es la solución disuelta necesaria para preparar un litro de solución N.

Para preparar un litro de solución N / 10 (0,1 N) se necesita una solución disuelta 10 veces menor; es decir, 4,9 g.

El H_2SO_4 concentrado, D = 1,84, tiene 95,6% en peso de H_2SO_4 puro. Por lo tanto:

1.000 mililitros de tal producto pesan 1,840 gramos, de los cuales solo 95,6% ó 1,759 gramos son de H_2SO_4 puro.

Si en 1.000 mililitros del H_2SO_4 concentrado existen 1.759 gramos de H_2SO_4 puro, habrá 4,9 gramos de H_2SO_4 puro en 4,9x 1.000 / 1.759 = 2.785 mililitros de H_2SO_4 concentrado, de D = 1,84.

Etapas de la preparación

a) Coloque una porción de agua destilada en el matraz volumétrico de 1.000 mililitros (± 500 mililitros).

b) Utilice la pipeta para verter 2.785 mililitros de H_2SO_4 concentrado, D = 1,84, lentamente y sin dejar de agitar en el agua del matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

c) Complete el volumen con agua destilada y agite.

Titulación de la solución de H_2SO_4 N / 10 (0,1 N)

Material necesario:
solución de H_2SO_4 N / 10 (0,1 N): véase la sección 4.2;
solución de Na_2CO_3 N / 10 (0,1 N): véase la sección 4.1, e indicador anaranjado de metilo.

Etapas de la titulación

a) Llene las buretas: la primera con la solución de H_2SO_4 y la segunda con la solución de Na_2CO_3.

b) Utilice la probeta para colocar 100 mililitros de agua destilada en cada uno de los frascos Erlenmeyer.

c) Agregue tres o cuatro gotas de anaranjado de metilo en cada frasco Erlenmeyer y agite, con una ligera rotación, para que el indicador se disperse en el agua.

d) Con la bureta, agregue 10 mililitros de la solución de Na_2CO_3 N / 10 (0,1 N) en uno de los frascos Erlenmeyer.

e) Coloque este frasco Erlenmeyer debajo de otra bureta (que contenga el H_2SO_4) y agregue gota a gota, con agitación constante, el ácido sulfúrico hasta que se produzca el viraje de color del indicador.

Nota: el indicador anaranjado de metilo en un medio alcalino tiene un color amarillo-claro y rojizo en un medio ácido. El punto de viraje es el anaranjado. Este viraje se visualiza difícilmente. Para

lograr una mejor visión, se compara el color de este frasco Erlenmeyer con el del frasco Erlenmeyer testigo (el otro frasco Erlenmeyer preparado con agua destilada y el indicador solamente).

f) Anote la cantidad utilizada de mililitros de H_2SO_4.

Factor de corrección

Si los mililitros utilizados (f) fueran 10, la solución de H_2SO_4 sería N / 10 (0,1 N) con factor de corrección 1.000.

Si los mililitros utilizados (f) fueran diferentes de 10, se calcula el siguiente factor de corrección:

$$\frac{10}{\text{mL utilizados}} = \text{F. C. (factor de corrección) del } H_2SO_4$$

Observación: anote el F. C. en el rótulo del vidrio que contiene la solución de H_2SO_4 N / 10.

Observaciones

Como es difícil ver el viraje del indicador, se acostumbra usar dos o más frascos Erlenmeyer de titulación (d), además del frasco Erlenmeyer testigo para garantizar una mayor precisión en la titulación.

Los cálculos del F. C. para cada frasco Erlenmeyer se realizan con los mililitros empleados (f).

En la fórmula se sustituye el numerador 10 por el número de mililitros de Na_2CO_3 colocados (d) en los respectivos frascos Erlenmeyer.

Los F. C. deben ser iguales o muy parecidos para cada frasco Erlenmeyer. En caso de que existan diferencias mayores, se debe realizar nuevas titulaciones.

4.3 Solución de hidróxido de sodio NaOH N / 10 (0,1 N)

Materiales:
NaOH puro, p. a. (en lentejas);
una balanza.

Material de vidrio:
un vaso de precipitado de 100 mililitros;
un embudo de vidrio, y
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

Equivalente gramo del hidróxido de sodio

Fórmula: NaOH.

Peso molecular:	1 Na	= 1 x 23	= 23
	1 O	= 1 x 16	= 16
	1 H	= 1 x 1	= 1
	Peso molecular		= 40

Molécula gramo o mol = 40 g.

La base posee un ion OH^-. Luego el mol se divide entre 1 para obtener el equivalente gramo = 40 g.

Peso de NaOH necesario para un litro de solución N / 10 (0,1 N)

Un equivalente gramo (40 gramos) es el soluto que se necesita para preparar un litro de solución N.

Para preparar un litro de solución N / 10 (0,1 N), se necesita una cantidad 10 veces menor; es decir, 4,0 g.

Comentario

El NaOH es una base muy higroscópica; es decir, absorbe mucho la humedad del aire. Por lo tanto, es imposible pesarlo, ya que la humedad que se incorpora a él aumenta su peso.

Por otro lado, se combina fácilmente con el CO_2 del aire y produce el Na_2CO_3 que forma una película blanca alrededor de las lentejas de NaOH. Dicho Na_2CO_3 debe ser eliminado, para lo cual se lava el producto.

Para proceder con el lavado, se necesita pesar una cantidad mayor del hidróxido (4,5 gramos, por ejemplo).

Etapas de la preparación

a) Pese en el vaso aproximadamente 4,5 gramos de hidróxido de sodio.

b) Agregue aproximadamente 50 mililitros de agua destilada y déjela en reposo hasta que toda la superficie blanca (de las lentejas) esté disuelta (lavado del NaOH). Luego vacíe dicha agua (elimine la parte carbonatada del NaOH). ¿Cuánto quedó del hidróxido de sodio?

c) Disuelva totalmente el NaOH lavado en el vaso con aproximadamente 50 mililitros de agua destilada recién hervida y fría.

d) Traslade la solución a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

e) Complete el volumen con agua destilada recién hervida y fría. Agite.

Observación: probablemente, esta solución será mucho más fuerte que una solución N / 10 (0,1 N).

Titulación de la solución de NaOH N / 10 con una solución de H_2SO_4 N / 10 (0,1 N)

Material necesario:
solución de NaOH N / 10: véase la sección 4.3;
solución de H_2SO_4 N / 10: véase la sección 4.2;
indicador anaranjado de metilo: véase la sección 5.1, e
indicador fenolftaleína: véase la sección 5.8.

Material de vidrio:
dos buretas de 50 mililitros;
dos frascos Erlenmeyer de 250 mililitros, y
una probeta de 100 mililitros.

Etapas de la titulación

a) Llene las buretas: la primera con la solución de H_2SO_4 N / 10; la segunda con la solución de NaOH.

b) Utilice la probeta para colocar 100 mililitros de agua destilada en cada frasco Erlenmeyer.

c) Agregue de tres a cuatro gotas de anaranjado de metilo en cada Erlenmeyer y agite —con una rotación ligera— para que el indicador se disperse en el agua.

d) Agregue 10 mililitros de la solución de NaOH por la bureta a uno de los frascos Erlenmeyer.

e) Disponga ese frasco Erlenmeyer sobre la otra bureta (con H_2SO_4 N / 10) y agregue gota a gota, con agitación constante, el ácido sulfúrico, hasta que el indicador vire de color.

Nota: en un medio alcalino, el indicador anaranjado de metilo es amarillo-claro y rojizo en un medio ácido.

El punto de viraje es el anaranjado. Tal viraje es difícil de visualizar. Para lograr una mejor visión se compara el color del Erlenmeyer con el del Erlenmeyer testigo (un frasco Erlenmeyer preparado solo con agua destilada y el indicador).

f) Anote los mililitros de H_2SO_4 utilizados.

Observación: los mililitros de H_2SO_4 N / 10 (f) deben ser 10 ó cercanos a 10.

Si son 10, la solución de NaOH es N / 10 y tiene el mismo F. C. del ácido.

Si son más o menos (pero cercanos a 10), calcule el F. C. de la solución de NaOH N / 10.

Si son mucho más (por ejemplo, 12 mililitros), realice la corrección de la solución; es decir, coloque 10 mililitros de la solución de NaOH que consumió 12 mililitros de la solución de H_2SO_4 N / 10; si colocase 10 mililitros de la solución de NaOH y dos mililitros más de agua destilada, el consumo de la solución de NaOH sería el mismo.

Mediante este raciocinio se puede verificar que si se colocaran dos mililitros de agua destilada en la solución de NaOH, para cada 10 mililitros de solución se conseguiría la equivalencia de las soluciones.

Se mide la solución restante de NaOH. Si hay 950 mililitros, por ejemplo:

Solución de NaOH	Agua destilada
Para cada 10 mililitros	dos mililitros
para 950 mililitros	x

x = 190 mililitros de agua destilada.

A la solución del ejemplo se agregan 190 mililitros de agua destilada recién hervida y fría, y se procede nuevamente con la titulación, tal como anteriormente, hasta la letra (f).

Cálculo del F. C. (factor de corrección) (en caso de consumo cercano a 10 mililitros)

El factor de corrección se calcula con la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{mL } H_2SO_4 \ x \ \text{F. C.}}{\text{mL NaOH}} = \text{F. C. (factor de corrección) de la NaOH}$$

Anote el F. C. en el rótulo del frasco del NaOH N / 10.

4.4 Oxalato de amonio. Solución madre N / 5 (0,2 N)

Material:
una espátula
un frasco para lavado
una balanza analítica
$(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$ (oxalato de amonio) p. a.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros
un embudo de vidrio
un vidrio de reloj

Peso molecular del $(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$ (oxalato de amonio)

$(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$	=	142,080
2 N = 14.00 x 2	=	28,000
10 H = 1.008 x 10	=	10,080
2 C = 12.000 x 2	=	24,000
5 O = 16.000 x 5	=	80,000
Peso molecular	=	142,080

Por lo tanto, su mol = 142,080 g; siendo el anión oxalato bivalente, se divide entre dos: 142,08 / 2 = 71,04 gramos, para obtener el equivalente gramo.

Para una solución N / 5, se divide el equivalente gramo entre 5; es decir:

$$\frac{71,04}{5} = 14,210 \text{ gramos}$$

Etapas de la preparación

a) Pese exactamente 14,210 gramos de oxalato de amonio.

b) Viértalo con ayuda de un embudo en el matraz volumétrico de 1.000 mililitros con agua destilada.

c) Agite para disolver.

d) Complete el volumen con agua destilada.

Nota: el oxalato de amonio es un patrón primario.

4.5 Permanganato de potasio. Solución madre N / 5

Material necesario:
una balanza;
$KMnO_4$ (permanganato de potasio).

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un embudo de vidrio, y
un vidrio de reloj de ocho centímetros.

Peso molecular del $KMnO_4$ (permanganato de potasio)

$KMnO_4$	=	158,03				
1 K	=	39,10	x	1	=	39,10
1 Mn	=	54,93	x	1	=	54,93
4 O	=	16,00	x	4	=	64,00
						158,03

mol = 158,03 g

El proceso general para calcular el equivalente gramo de las sustancias oxidantes y reductoras es dividir el mol de dicha sustancia entre la diferencia de la valencia del elemento oxidado o reducido en la reacción.

También se puede calcular el $KMnO_4$ oxidante en medio ácido (H_2SO_4), si se lo relaciona con el oxígeno que puede ceder cada mol de $KMnO_4$.

La ecuación química que representa la reacción es la siguiente:

$$2\ KMnO_4 + 3\ H_2SO_4 \rightarrow 2\ MnSO_4 + K_2SO_4 + 3\ H_2O + 5\ (O)$$

Dos moléculas gramo de permanganato proporcionan cinco átomos gramo de oxígeno (bivalente); es decir, 10 equivalentes a un hidrógeno sustituible.

El equivalente del permanganato, en relación con el hidrógeno sustituible, es 1/5 de la molécula gramo 158 / 5 = 31,6 g, peso necesario

para preparar una solución N, ya que se desea una solución N / 5, 31,6 / 5 = 6,32 g.

Como la solución de permanganato se titula con la de oxalato de amonio (patrón primario) y no se quiere una solución débil, se usan 6,4 gramos.

Etapas de la preparación

a) Pese 6,4 gramos de $KMnO_4$
b) Trasládelo al matraz volumétrico con la ayuda de agua destilada.
c) Agite hasta lograr la disolución total y complete el volumen con agua destilada.
d) Conserve la solución en un lugar oscuro durante algunos días.
e) Titule y trasládelo al frasco ámbar.

Estandarización de la solución de $KMnO_4$ N / 5 (0,2 N)

Material necesario:

instrumental de baño María;
solución de oxalato de amonio N / 5;
ácido sulfúrico 1:3, y
solución de $KMnO_4$.

Material de vidrio:
dos buretas de 50 mililitros;
una matraz de fondo ancho de 250 mililitros, y
una probeta de 100 mililitros.

Etapas de la titulación

a) Coloque en el matraz 100 mililitros de agua destilada, 10 mililitros de ácido sulfúrico 1:3 y un mililitro de $KMnO_4$ N / 5; lleve el matraz al baño María durante media hora.
b) Retire y decolore el permanganato con oxalato de amonio.
c) Agregue al permanganato una o dos gotas para obtener una ligera coloración rosada.
d) Luego, coloque 10 mililitros de oxalato de amonio N / 5 y titule a temperatura caliente con el permanganato N / 5 hasta obtener una ligera coloración rosada.
e) Anote el total de mililitros de $KMnO_4$ usados.

Puede suceder lo siguiente:

1) que los mililitros utilizados en el paso (e) sean iguales a 10. En ese caso, la solución es exactamente N / 5;
2) que los mililitros utilizados en (e) sean cercanos a 10. Se calcula el F. C. (factor de corrección);
3) que los mililitros utilizados en (e) sean menores que 10. En ese caso, se diluye la solución.

Cálculo del F. C. (factor de corrección)

Considerando que en la subsección “Peso molecular de $KMnO_4$ (permanganato de potasio)”, el consumo es igual a 9,8.

$$\text{F. C.} = \frac{10}{9,8} = 1,0204$$

Nota: escriba el F. C. en el rótulo del frasco de la solución de $KMnO_4$ N / 5 (0,2 N).

Dilución

El consumo en la subsección “Peso molecular de $KMnO_4$ (permanganato de potasio)” es igual a ocho mililitros.

Si el consumo fuera 10 mililitros, la solución sería N / 5 (0,2 N).

Si se consumieron solo ocho mililitros, se aumentan 2 (10 − 8 = 2) mililitros de agua destilada para cada ocho mililitros de la solución $KMnO_4$ y se obtiene una solución de N / 5.

1) Traslade 800 mililitros de la solución $KMnO_4$ a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.
2) Complete el volumen con agua destilada.
3) Titule nuevamente como se hizo en la subsección “Peso molecular de $KMnO_4$ (permanganato de potasio)” y continúe.

Nota: si el consumo es 11 mililitros en (e) —es decir, mayor que 10—, la solución es débil.

1) Agregue más cristales de $KMnO_4$ a la solución de 13.3.5.
2) Agite hasta completar la disolución.
3) Estandarice como se explicó previamente en “Estandarización de la solución de $KMnO_4$ N / 5 (0,2 N)”.

4.6 Solución de bicromato de potasio

Materiales requeridos:
$K_2Cr_2O_7$ (bicromato de potasio) p. a.;
un frasco para lavado, y
una balanza analítica.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un embudo, y
un vidrio de reloj.

Etapas de la preparación

a) Pese exactamente 4,904 gramos de bicromato de potasio p. a.
b) Introdúzcalos en un matraz de 1.000 mililitros con ayuda de agua destilada.
c) Agite hasta disolver totalmente y complete el volumen con agua destilada. Agite.
d) Conserve la solución en un frasco ámbar (patrón primario).

4.7 Solución de tiosulfato de sodio N / 10 ($Na_2S_2O_3$)

Materiales requeridos:
$Na_2S_2O_3.H_2O$ (tiosulfato de sodio);
$(NH_4)_2CO_3$ (carbonato de amonio), y
cloroformo.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;

dos vidrios de reloj, y
una pipeta graduada de cinco mililitros.

Etapas de la preparación

a) Pese 24,820 gramos de $Na_2S_2O_3.H_2O$ (si es anhidro, 15,812 gramos).

b) Trasládelo a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros con ayuda de agua destilada hirviendo.

c) Disuelva y agregue 1,5 gramos de carbonato de amonio y cinco mililitros de cloroformo.

d) Complete el volumen con agua destilada.

Titulación de la solución de tiosulfato de sodio

Material necesario:
solución de $Na_2S_2O_3.H_2O$: véase la sección 4.7;
yoduro de potasio (KI) p. a.;
solución de $K_2Cr_2O_7$: véase la sección 4.6;
solución de almidón: véase la sección 5.31;
ácido clorhídrico (HCl) concentrado, y
una espátula.

Material de vidrio:
dos buretas de 25 mililitros;
un frasco Erlenmeyer de 500 mililitros, y
una pipeta de cinco mililitros.

Etapas de la titulación

a) Coloque 150 mililitros de agua destilada en un Erlenmeyer de 500 mililitros y agregue aproximadamente cinco gramos de yoduro de potasio.

b) Agregue por la bureta exactamente 20 mililitros de la solución de bicromato de potasio y acidifique con cinco mililitros de ácido clorhídrico concentrado.

c) Titule el yodo libre con el tiosulfato de la bureta hasta que se logre el viraje de color de la solución.

d) Agregue un mililitro de la solución de almidón (para obtener una mejor visualización del viraje de color. El yodo le da una coloración azulada al líquido del frasco Erlenmeyer).

e) Prosiga con la titulación hasta llegar a la decoloración total (incoloro).

f) Anote los mililitros que usó de la solución de tiosulfato.

Cálculo del F. C. (factor de corrección)

1) Calcule con la siguiente fórmula:

$$\text{F. C. (del tiosulfato)} = \frac{20}{\text{mL de tiosulfato en (f)}}$$

2) Anote el F. C. en el rótulo del frasco de la solución.

4.8 Solución agua-alcohol al 80%

Material necesario:
Alcohol etílico 95%.

Material de vidrio:
una probeta de 1.000 mililitros;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros, y
un embudo.

Etapas de la preparación

a) Mida, con la probeta de 1.000 mililitros, 842 mililitros de alcohol puro rectificado de 95%.

b) Trasládelo al matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

c) Complete el volumen con agua destilada.

4.9 Solución de jabón (para la dureza)

Material requerido:
una balanza;
solución de alcohol etílico 80%, y
jabón de Marsella.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un vaso de 1.000 mililitros;
un vaso de 100 mililitros;
un embudo de vidrio, y
una varilla de vidrio.

Etapas de la preparación

a) Pese en el vaso de 100 mililitros de 90 a 100 gramos de jabón puro pulverizado (o en escamas).

b) Trasládelo al vaso de 1.000 mililitros.

c) Agregue una parte de la solución de agua y alcohol a 80% previamente preparada.

d) Agite con la varilla hasta disolver el jabón.

e) Traslade la solución a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

f) Lave el vaso con dos o tres partes de la solución de agua y alcohol, y traslade el agua de lavado al matraz volumétrico.

g) Agite y complete el volumen con la solución agua y alcohol al 80%.

h) Deje en reposo durante una noche para decantar.

Nota: el jabón de Marsella es un jabón neutro producido con aceite de oliva.

4.10 Solución de sulfato de fierro II amoniacal

$FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$

Material necesario:
balanza analítica;
solución de $KMnO_4$: véase la sección 4.5;
H_2SO_4 concentrado (D.=1,84), y
$FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$ p. a..

Material de vidrio:
un vidrio de reloj;

un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una pipeta graduada de 10 mililitros;
una pipeta graduada de un mililitro, y
un embudo de vidrio.

Cálculo

El cálculo del mol del sulfato de fierro II amoniacal, hexahidratado para la preparación de la solución madre de fierro, es el siguiente:

$FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$ = 392,120 g

1 Fe	=	55,840	x	1	= 55,840 g
2 S	=	32,060	x	2	= 64,120 g
14 O	=	16,00	x	14	= 224,000 g
2 N	=	14,00	x	2	= 28,000 g
20 H	=	1,008	x	20	= 20,160 g

Total ..... 392,120 g = mol de la sal doble hexahidratada

Si se tiene 55,840 gramos de Fe en 392,120 gramos de la sal en x gramos de sal se obtendrán 0,100 g de Fe.

$$x = \frac{392{,}120 x\ 0{,}100}{55{,}840} = 0{,}7022 \text{ g de sal}$$

Etapas de la preparación

a) Pese exactamente 0,7022 gramos de sulfato de fierro II amoniacal, $FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$ hexahidratado.
b) Trasládelo a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros con la ayuda de 50 mililitros de agua destilada.

c) Agregue lentamente 20 mililitros de H_2SO_4 concentrado, sin dejar de agitar.
d) Agregue, gota a gota, la solución de $KMnO_4$ 0,1 N / 5 hasta que adquiera una ligera coloración rosada.
e) Enfríe y complete el volumen con agua destilada.

1 mL de la solución = 0,1 mg Fe

4.11 Solución madre de flúor

Material necesario:
una balanza analítica;
una espátula;
fluoruro de sodio (NaF) p. a., y
un frasco para lavado.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un embudo de vidrio, y
un vidrio de reloj.

Etapas de la preparación

a) Pese rigurosamente 0,2210 gramos de fluoruro de sodio.
b) Trasládelo al matraz volumétrico de 1.000 mililitros con la ayuda de un embudo y agua destilada (aproximadamente 200 mililitros).
c) Agítelo hasta disolverlo.
d) Complete el volumen con agua destilada y agite (un mililitro de la solución equivale a 0,1 miligramos de F).

Advertencia: evite aspirar el polvo de la sal durante la manipulación.

5. SOLUCIONES, REACTIVOS E INDICADORES

5.1 Anaranjado de metilo

Use cuatro gotas para 100 mililitros de la muestra.

Material necesario:
balanza;
anaranjado de metilo en polvo (p. a.), y
un frasco para lavado.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 250 mililitros, y
un vidrio de reloj de cinco centímetros.

Etapas de la preparación

a) Pese 0,125 gramos de anaranjado de metilo.

b) Trasládelos al matraz volumétrico de 250 mililitros mediante el embudo y con la ayuda de pequeñas cantidades de agua destilada.

c) Agite hasta que se diluya completamente.

d) Complete el volumen con agua destilada.

5.2 Solución de H_2SO_4 N / 50 (a partir de la solución madre de H_2SO_4 N / 10)

Material necesario:
solución madre de H_2SO_4 N / 10 (0,1 N): véase la subsección 4.2.

Material de vidrio:
una pipeta volumétrica de 100 mililitros;

una bureta de 50 mililitros, y
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

Cálculo

Para preparar una solución N / 50 (0,02 N), use la siguiente fórmula y haga la dilución siguiente:

$$\frac{\text{Normalidad deseada} \times 1.000}{\text{Normalidad de la solución madre} \times \text{F. C.}} = \begin{array}{l}\text{mL de la solución madre necesarios para preparar 1.000 mililitros de la solución deseada}\end{array}$$

Ejemplo:

Normalidad deseada N / 50 (0,02 N).

A partir de la solución madre, 0,1 N c/F. C. (factor de corrección).

$$\frac{0{,}02 \times 1.000}{0{,}1 \times \text{F. C.}} = \text{mL de la solución madre necesarios para preparar 1.000 mililitros de la solución N / 50 (0,02 N).}$$

Etapas de la dilución

a) Traslade, con ayuda de la pipeta y la bureta, los mililitros de la solución madre al matraz volumétrico de 1.000 mililitros, según la fórmula anterior (aproximadamente 200 mililitros conforme al factor de corrección).

b) Complete el volumen con agua destilada.

Nota: para preparar la solución, a partir del H_2SO_4 concentrado (D.=1,84), diluya 0,6 mililitros de H_2SO_4 concentrado en

agua destilada y complete el volumen (con agua destilada) hasta 1.000 mililitros. Se deberá estandarizar con la titulación tal como se indicó en la solución madre de H_2SO_4 N / 10.

5.3 Solución de NaOH N / 44 (0,02273) (a partir de la solución madre de NaOH N / 10 de la subsección 4.3)

Material necesario:
solución madre de NaOH N / 10 (0,1 N).

Material de vidrio:
una pipeta volumétrica de 100 mililitros;
una bureta de 50 mililitros, y
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

Cálculo

Use la siguiente fórmula para el cálculo:

$$\frac{22{,}73}{\text{Normalidad de la solución madre} \times \text{F. C.}} = \text{mL de la solución madre necesarios para preparar 1.000 mililitros de solución N / 44 (0,02273 N) de NaOH}$$

Etapas de la dilución

a) Traslade, con ayuda de la pipeta y la bureta, los mililitros de la solución madre de la sección 4.3 al matraz volumétrico de 1.000 mililitros, según la fórmula anterior.

b) Complete el volumen con agua destilada recién hervida y fría.

Nota: con esta solución se determina el gas carbónico libre por titulación.

Titulación de NaOH N / 44 (0,02273) con H_2SO_4 N / 50

La segunda estandarización de las soluciones diluidas se debe realizar si se desea mayor precisión. Mediante el siguiente procedimiento, con una solución de Na_2CO_3 (véase la subsección 4.1), se valorará la solución de H_2SO_4 N / 50 (véase la subsección 5.2) y con esta, la solución de NaOH N / 44.

Material necesario:
solución de H_2SO_4 N / 50 (0,02 N);
solución de NaOH N / 44 (0,02273 N), e
indicador anaranjado de metilo.

Material de vidrio:
dos buretas de 25 mililitros;
tres frascos Erlenmeyer de 250 mililitros, y
una probeta de 100 mililitros.

Etapas de la titulación

a) Coloque la solución de H_2SO_4 N / 50 (0,02 N) en una bureta y la solución de NaHO N / 44 (0,02273 N) en otra.

b) En un primer frasco Erlenmeyer coloque 100 mililitros de agua destilada y cuatro gotas de anaranjado de metilo (testigo).

c) En el segundo frasco Erlenmeyer coloque 10 mililitros de la solución NaOH N / 44 y por la bureta 90 mililitros de agua destilada; agregue cuatro gotas del indicador anaranjado de metilo.

d) En el tercer frasco Erlenmeyer coloque 15 mililitros de la solución de NaOH N / 44, por la bureta; 85 mililitros de agua destilada; cuatro gotas del indicador anaranjado de metilo.

Nota: los volúmenes de NaOH N / 44 colocados en los Erlenmeyer son arbitrarios. El agua destilada que se añadió solo es para completar el volumen de 100 mililitros y para comparar mejor el color durante el viraje que sufra el indicador.

e) Titule, gota a gota, cada Erlenmeyer (segundo y tercero) con una solución de H_2SO_4 N / 50 de la bureta, hasta que se produzca el viraje del indicador (anaranjado).

   El viraje no se puede ver fácilmente. Para lograr una mejor visión se debe comparar con el color producido en el primer frasco Erlenmeyer (muestra testigo).

f) Anote los mililitros de H_2SO_4 N / 50 usados en cada Erlenmeyer (segundo y tercero).

Cálculo

Segundo frasco Erlenmeyer:

$$\frac{\text{mL de } H_2SO_4 \times 0{,}02 \times \text{F. C. del } H_2SO_4}{\text{mL de NaOH N / 44 (c)} \times 0{,}02273} = \begin{matrix}\text{F. C. de NaOH} \\ \text{N / 44}\end{matrix}$$

Haga el mismo cálculo para el tercer frasco Erlenmeyer mediante la sustitución de la fórmula (c) por (d).

Los F. C. calculados en los dos casos deben coincidir o ser próximos. Una diferencia mayor exigirá una nueva titulación.

5.4 Solución de NaOH N / 20 (0,05 N) (a partir de la solución madre de NaOH N / 10)

Cálculo

Use la siguiente fórmula:

$$\frac{50}{\text{Normalidad de la solución madre} \times \text{F. C.}} = \begin{matrix}\text{mL de la solución madre necesarios para preparar 1.000 mililitros de la solución N / 20 (0,05) de NaOH}\end{matrix}$$

5.5 Indicador rojo de metilo (use 0,2 mililitros para 10 mililitros de la muestra) (para pH de 4,4 a 6,0)

Material necesario:
balanza;
alcohol etílico rectificado 95%;
rojo de metilo;
solución de NaOH N / 20;
mortero de ágata con mango;
una espátula, y
un frasco para lavado.

Material de vidrio:
un vidrio de reloj;
una probeta de 100 mililitros;
una bureta de 20 mililitros;

dos matraces volumétricos de 500 mililitros, y
un embudo de vidrio.

Etapas de la preparación

a) Coloque la solución de NaOH N / 20 (véase la sección 5.4) en la bureta.
b) Mida 300 mililitros de alcohol etílico rectificado y trasládelo a uno de los matraces volumétricos.
c) Complete el volumen del matraz con agua destilada.
d) Pese 0,100 gramos de rojo de metilo.
e) Trasládelo al mortero de ágata; triture.
f) Agregue, por la bureta, partiendo de cero, algunas gotas de NaOH N / 20 hasta formar una pasta fina y homogénea.
g) Con la ayuda del embudo y de la solución alcohólica (b), traslade la pasta a otro matraz volumétrico de 500 mililitros y lave bien (con pequeñas cantidades de la misma solución) el mortero de ágata y el vidrio de reloj.
h) Agregue NaOH N / 20 de la bureta, en proporción suficiente para completar el volumen de soda de 7,4 mililitros.
i) Agite hasta lograr la disolución total y luego complete el volumen con la solución alcohólica (b).

5.6 Indicador azul de bromotimol (use 0,5 mililitros para 10 mililitros de la muestra) (para pH de 6,0 a 7,6)

Material necesario:
balanza;

azul de bromotimol (producto químico);
solución de NaOH N / 20;
mortero de ágata con mango, y
una espátula.

Material de vidrio:
un vidrio de reloj;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un embudo de vidrio, y
una bureta de 20 mililitros.

Etapas de la preparación

a) Coloque la solución de NaOH N / 20 (véase la sección 5.4) en la bureta.
b) Pese 0,400 gramos de azul de bromotimol.
c) Traslade el azul de bromotimol al mortero de ágata y triture.
d) Agregue, por la bureta, partiendo de cero, gotas de NaOH N / 20 (véase la sección 5.4) hasta formar una pasta fina y homogénea.
e) Con ayuda del embudo y de agua destilada, traslade la pasta al matraz volumétrico de 1.000 mililitros y lave bien (con pequeñas cantidades de agua) el mortero de ágata y el vidrio de reloj.
f) Agregue NaOH N / 20 (véase la sección 5.4) de la bureta, en proporción suficiente para completar 14 mililitros.
g) Agite hasta lograr la disolución total y luego complete el volumen con agua destilada.

5.7 Indicador rojo de fenol (use 0,25 mililitros para cada 10 mililitros de la muestra) (para pH de 6,8 a 8,4)

Use la técnica descrita en 5.6.

Pese 0,1 gramos de rojo de fenol; trasládelo al mortero de ágata; agregue por la bureta algunas gotas de NaOH N / 20 hasta formar una pasta fina y homogénea; trasládelo a un matraz volumétrico de 500 mililitros con la ayuda de agua destilada; complete el volumen de la soda hasta 6,3 mililitros; agite hasta lograr una disolución total y complete el volumen con agua destilada.

5.8 Indicador fenolftaleína para alcalinidad

(Use 10 gotas para 100 mililitros de la muestra.)

Emplee la técnica descrita en 5.5.

Pese un gramo de fenolftaleína; trasládelo al matraz volumétrico de 200 mililitros por el embudo con la ayuda de una pequeña cantidad de solución de agua y alcohol a 50% (100 mililitros de agua, 100 mililitros de alcohol); agite hasta lograr la disolución total y complete el volumen con la misma solución alcohólica.

Neutralice con NaOH N / 44.

Indicador fenolftaleína (use 0,5 mililitros para cada 10 mililitros de la muestra) (para pH de 8,6 a 10,2)

Use la técnica descrita en 5.5.

Pese 0,1 gramos de fenolftaleína; trasládelos al matraz volumétrico de 500 mililitros por el embudo, con la ayuda de una pequeña cantidad de solución de agua y alcohol al 60% (200 mililitros de agua, 300 mililitros de alcohol). Agite hasta lograr la disolución total y complete el volumen con la solución alcohólica.

Neutralice con NaOH N / 44.

5.9 Reactivo ortotolidina (use 0,5 mililitros para cada 10 mililitros de la muestra)

Material necesario:
ortotolidina en polvo;
HCl concentrado (D. = 1,17) p. a.;
un mortero de ágata con mango, y
una espátula.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 500 mililitros;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un embudo de vidrio;
un vidrio de reloj de ocho centímetros, y
una probeta de 100 mililitros.

Etapas de la preparación

a) Con ayuda de la probeta mida 100 mililitros de ácido clorhídrico (HCl) y trasládelos lentamente al matraz de 500 mililitros con un aproximado de 300 mililitros de agua destilada y agítelo constantemente. Complete el volumen con agua destilada.

b) Pese 1.000 gramos de ortotolidina en un vidrio de reloj y trasládelo al mortero de ágata.

c) Agregue algunas gotas de la solución de HCl (a) y haga una pasta fina y homogénea.

d) Traslade la ortotolidina al matraz de 1.000 mililitros con la ayuda de pequeñas cantidades de agua destilada hasta completar aproximadamente 400 mililitros.

e) Agite hasta lograr la disolución total.

f) Agregue el resto de la solución de HCl (a). Agite. Complete el volumen con agua destilada.

g) Consérvelo en un frasco ámbar al abrigo de la luz.

Observación: esta solución tiene una duración de seis meses.

En invierno, el frío puede producir la precipitación del soluto. Si esto ocurre, no lo use. Para volver a disolverlo, caliéntelo en baño María y agite.

5.10 Reactivo ortotolidina de baja acidez (use un mililitro para cada 100 mililitros de la muestra)

Material necesario:
ortotolidina en polvo;
HCl (D. = 1,17) concentrado, p. a.;
un mortero de ágata con mango, y
una espátula.

Material de vidrio:
un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros;
una pipeta graduada de 5 mililitros;
una pipeta graduada de 10 mililitros;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;

un embudo de vidrio, y
un vidrio de reloj.

Etapas de la preparación

a) Con ayuda de la pipeta incorpore nueve mililitros de agua destilada en el frasco Erlenmeyer.

b) Agregue lentamente y agitando constantemente un mililitro de HCl concentrado.

c) Pese exactamente 1.000 gramos de ortotolidina.

d) Traslade la ortotolidina al mortero de ágata.

e) Agregue cinco mililitros de la solución de HCl (b) del frasco Erlenmeyer para formar una pasta; triture.

f) Traslade la pasta al matraz volumétrico de 1.000 mililitros con la ayuda del embudo y un poco de agua destilada.

g) Lave el vidrio de reloj con agua destilada sobre el embudo.

h) Agregue aproximadamente 500 mililitros de agua destilada.

i) Agite hasta lograr la disolución total.

j) Complete el volumen con agua destilada.

k) Agite y conserve en un frasco ámbar.

5.11 Solución de arsenito (cuidado: veneno)

Use 0,5 mililitros para cada 10 mililitros de la muestra.

Material necesario:
metaarsenito de sodio ($NaAsO_2$).

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un embudo de vidrio, y
un vidrio de reloj.

Etapas de la preparación

a) Pese 5.000 gramos de $NaAsO_2$, tenga cuidado, porque es tóxico.
b) Traslade $NaAsO_2$ al matraz volumétrico de 1.000 mililitros con la ayuda del embudo y un poco de agua destilada.
c) Aumente el volumen con agua destilada hasta llegar a 400 mililitros, aproximadamente, y agite hasta lograr la disolución total.
d) Complete el volumen con agua destilada. Tenga cuidado de no aspirar el polvo y si este entra en contacto con la piel, lávese con abundante agua.

Nota: en el frasco de la solución de arsenito coloque el siguiente aviso: “Cuidado: tóxico. En caso de contacto con la piel, lávese con abundante agua”.

5.12 Oxalato de amonio $(NH_4)_2C_2O_4$

Solución de uso N / 80 (0,0125 N)
A partir de la solución madre N / 5: véase la sección 5.3.

Material necesario:
solución de oxalato de amonio N / 5: véase la sección 5.3;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una pipeta volumétrica de 50 mililitros, y
una bureta de 25 mililitros.

Etapas de la preparación

a) Traslade 62,5 mililitros de la solución madre al matraz volumétrico de 1.000 mililitros con la ayuda de la pipeta y la bureta.
b) Complete el volumen con agua destilada y agite.

Nota: el volumen (62,5 mililitros) de solución madre se determinó mediante la aplicación de la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{Normalidad deseada} \times 1.000}{\text{normalidad de la solución madre} \times \text{F. C.}} = \text{mL de la solución madre necesarios para preparar 1.000 mililitros de la solución de uso.}$$

El F. C. —siendo $(NH_4)_2C_2O_4$ la solución madre— es 1.000.

5.13 Permanganato de potasio $KMnO_4$

Solución de uso N / 80 (0,0125 N)
A partir de la solución madre N / 5 ≈ 0,2 N.

Si se aplica la fórmula usada para preparar la solución de $(NH_4)_2C_2O_4$ N / 80 en el cálculo del volumen que se va a diluir, las etapas de la preparación son idénticas a las mencionadas en 5.12.

Titulación de la solución $KMnO_4$ N / 80, de uso (0,0125 N)

Material necesario:
solución de $(NH_4)_2C_2O_4$ N / 80 (0,0125 N): véase la sección 5.12;
solución de H_2SO_4 1:3: véase la sección 5.14;

instrumental para baño María o mechero Bunsen con trípode y rejilla de asbesto.

Material de vidrio:
dos matraces de fondo ancho y cuello corto para 125 mililitros;
una probeta de 100 mililitros.

Etapas de la titulación

En cada uno de los dos matraces de 250 mililitros agregue lo siguiente:

a) 100 mililitros de agua destilada;

b) 10 mililitros de ácido sulfúrico 1:3;

c) tres mililitros de permanganato de potasio N / 80;

d) lleve la solución al baño María por media hora;

e) agregue oxalato de amonio N / 80, gota a gota, hasta obtener una ligera coloración rosada;

f) agregue 10 mililitros de $(NH_4)_2C_2O_4$ N / 80;

g) titule con $KMnO_4$ N / 80 hasta obtener una ligera coloración rosada.

5.14 Preparación de la solución de H_2SO_4 1:3

Material necesario:
H_2SO_4 (ácido sulfúrico) p. a. concentrado D.= 1,84.
Material de vidrio:
un frasco de vidrio de 1.000 mililitros;
una probeta de 100 mililitros.

Como la reacción del ácido sulfúrico con el agua es exotérmica, no agregue agua al ácido sino ácido al agua. Esta indicación es válida para todos los ácidos.

Etapas de la preparación

a) Incorpore, con la probeta, tres volúmenes estándar de agua destilada al frasco.

b) Agregue un volumen estándar de ácido sulfúrico, lentamente, agitando constantemente, y refrigérelo si fuera necesario.

Los volúmenes se pueden medir con la probeta, con mucho cuidado para evitar accidentes.

5.15 Tiosulfato de sodio $Na_2S_2O_3$

Solución N / 40 (0,025 N)
a partir de la solución madre de $Na_2S_2O_3$: véase la sección 4.7.

Material necesario:
solución de $Na_2S_2O_3$ N / 10 (titulada): véase la sección 4.7.

Material de vidrio:
una pipeta volumétrica de 100 mililitros;
una bureta de 50 mililitros, y
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

Cálculo

Esta solución se prepara por dilución, a partir de la solución de tiosulfato de sodio N / 10 con factor de corrección conocido (véase la subsección 4.7).

Para calcular la cantidad de la solución de la subsección 4.7 que se va a diluir, use la siguiente fórmula:

$$\frac{25}{0{,}1\ x\ \text{F. C .}} = \begin{array}{l}\text{mililitros de la solución madre para}\\ \text{1.000 mililitros de la solución N / 40}\end{array}$$

Etapas de la dilución

a) El volumen calculado de la solución 4.7 se traslada, con la ayuda de una pipeta y una bureta —para tener mayor exactitud—, al matraz volumétrico de 1.000 mililitros que contiene en el fondo una cantidad de agua destilada.

b) Complete el volumen con agua destilada.

Titulación de la solución N / 40 $Na_2S_2O_3$

Se realiza de idéntica manera a la titulación de la solución madre N / 10 de la subsección “Titulación de la solución de tiosulfato de sodio” en 4.7, pero use cinco mililitros en el paso (b) en vez de 20 mililitros.

5.16 Sulfato de fierro II amoniacal $FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$

Solución de uso.
Material necesario:
solución madre: véase la subsección 4.10.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una pipeta volumétrica de 100 mililitros.

Etapas de la dilución

a) Con ayuda de la pipeta, traslade al matraz volumétrico de 1.000 mililitros 100 mililitros de la solución madre de $FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$ (véase la sección 4.10).

b) Complete el volumen con agua destilada
Un mililitro de esta solución = 0,01 mg de Fe.
Un mililitro de esta solución en 50 mililitros de agua destilada = 0,2 ppm.

5.17 Ácido nítrico 6 N

Material necesario:
Ácido nítrico p. a.

Material de vidrio:
una pipeta volumétrica de 100 mililitros;
una pipeta volumétrica de 50 mililitros;
una pipeta volumétrica de 25 mililitros;
una pipeta graduada de 10 mililitros, y
un matraz volumétrico de 500 mililitros.

Etapas de la preparación

a) Traslade con las pipetas, lentamente y sin dejar de agitar, 191 mililitros de ácido nítrico concentrado p. a. al matraz volumétrico de 500 mililitros, donde ya se ha incorporado aproximadamente 200 mililitros de agua destilada.

b) Complete el volumen con agua destilada. Agite.

Nota: para pipetear ácidos concentrados (nítrico, sulfúrico, clorhídrico) se recomienda el uso de peras de succión o de vacío.

5.18 Solución de tiocianato de potasio: KCNS (cuidado: veneno)

Material necesario:
KCNS p. a. (producto químico);
una balanza;
una espátula, y
un frasco para lavado.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 500 mililitros;
un embudo de vidrio, y
un vidrio de reloj de 10 centímetros.

Etapas de la preparación

a) Pese 10 gramos de KCNS.

b) Trasládelo al matraz volumétrico de 500 mililitros.

c) Complete el volumen con agua destilada.

Nota: anote VENENO en el frasco de la solución.

5.19 Solución de sulfato de aluminio al 1%

$Al_2(SO_4)_3.18\,H_2O$

Cuando en la planta de tratamiento de agua el sulfato de aluminio se ha dosificado por vía húmeda, la solución al 1% debe realizarse a partir de dicha solución.

Solución de sulfato de aluminio a partir de la solución utilizada en la planta de tratamiento de agua

Material necesario:
solución utilizada en la planta.

Material de vidrio:
una probeta de 100 mililitros.

Cálculo

Use la siguiente fórmula:

$$\frac{100}{\text{concentración de la solución usada en la planta de tratamiento de agua}} = \text{mililitros de la solución usada en la planta que, elevados a 100 mililitros con agua del grifo, darán 100 mL de solución al 1\%}$$

Etapas de la preparación

a) Mida el volumen de solución de sulfato de aluminio usada en la planta de tratamiento de agua con la probeta, calculado con la fórmula anterior.

b) Complete el volumen hasta 100 mililitros con agua destilada.

Nota: use siempre la solución decantada.

Sulfato de aluminio. Solución al 1%

Cuando en la planta de tratamiento de agua se aplica sulfato por vía seca.

Material necesario:
balanza;
un mortero con mango, y
una espátula.

Material de vidrio:
un vidrio de reloj de cinco centímetros;
un matraz volumétrico de 1.000 litros, y
un embudo.

Etapas de la preparación

a) Tome una muestra representativa de sulfato de aluminio (del dosificador).
b) Fraccione varias veces.
c) Triture la última parte (50 gramos) en el mortero.
d) Pese 10 gramos del triturado.
e) Colóquelo en el matraz volumétrico de 1.000 mililitros con la ayuda del embudo y agua del grifo.
f) Agite hasta diluir.
g) Complete el volumen con agua destilada y agite.

Nota: agite la solución para usarla en el ensayo de coagulación.

5.20 Solución saturada de $Ca(OH_2)$ (hidróxido de calcio)

Material necesario:
cal hidratada o cal virgen.

Material de vidrio:
un frasco de un litro con tapa;
un embudo.

Etapas de la preparación

a) Introduzca en el frasco, con ayuda del embudo, de 30 a 50 gramos de cal hidratada de buena calidad o virgen extraída de la parte central de un costal de cal (lo que permite evitar la cal carbonatada).
b) Agregue agua destilada, agite bien, complete el volumen hasta el cuello, cierre para que no entre aire al interior (evite la carbonatación por el CO_2 del aire). Deje decantar.

Nota: cuando use la solución no agite el frasco; extraiga con la pipeta el líquido excedente, cuya concentración es de 1,3 gramos por litro (cada mililitro equivale a 1,3 ppm de CaO, en un litro de agua de muestra para ensayo).

Después de usarlo, complete el volumen del frasco hasta el cuello. Ciérrelo bien.

Solución saturada de $Ca(OH_2)$ (hidróxido de calcio)

Cuando en la planta de tratamiento de agua la dosificación se realiza por vía húmeda.

Cuando se prepara la dosis de cal generalmente hay cierto tiempo de reposo en el cual se decanta. El agua de cal es una solución saturada de $Ca(OH_2)$. Esa agua se puede recolectar y utilizar en el ensayo de coagulación.

(Un mililitro = 1,3 ppm en un litro.)

5.21 Alúmina. Solución madre

Material necesario:
$Al_2(SO_4)_3$. $(NH_4)_2SO_4$.24 H_2O (sulfato doble de aluminio y amonio) p. a.;
una balanza analítica.

Material de vidrio:
un vidrio de reloj de cinco centímetros;
un vaso de 250 mililitros;
un embudo;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

Etapas de la preparación

a) Pese exactamente 0,8398 gramos de sulfato doble de aluminio y amonio.

b) Trasládelo a un vaso de 250 mililitros.

c) Agregue agua destilada para disolver.

d) Traslade la solución al matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

e) Lave el vaso con abundante agua destilada (agregue el agua de lavado al matraz en el que se prepara la solución).

f) Complete el volumen con agua destilada y agite.

Un mililitro = 0,05 mg de Al

Un mililitro de la solución, habiendo completado el volumen hasta alcanzar 50 mililitros con agua destilada, equivale a una solución con una ppm de aluminio (iones Al^{+3}) o a 3,77 ppm de Al_2O_3, conocido como alúmina.

5.22 Hematoxilina. Solución

Material necesario:
hematoxilina pura;
una balanza analítica.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 100 mililitros;
un embudo, y
un vidrio de reloj de cinco centímetros.

Etapas de la preparación

a) Pese 0,100 gramos de hematoxilina.

b) Introduzca en el matraz volumétrico 100 mililitros con agua destilada hirviendo.

c) Complete el volumen con agua destilada; agite.

Nota: esta solución se deteriora, por lo que debe prepararse cada lapso de 15 a 20 días.

5.23 Ácido acético al 30%

Material necesario:
ácido acético glacial p. a.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una probeta de 250 mililitros.

Etapas de la preparación

a) En un matraz volumétrico de 1.000 mililitros con más o menos 300 mililitros de agua destilada, agregue gradualmente mientras agita 300 mililitros de ácido acético glacial, medidos con la probeta.

b) Complete el volumen con agua destilada.

5.24 Carbonato de amonio. Solución saturada

Material necesario:
carbonato de amonio p. a.

Material de vidrio:
un frasco de 250 mililitros con tapa esmerilada.

Etapas de la preparación

a) Agregue carbonato de amonio en el frasco que contiene 200 mililitros de agua, hasta lograr la saturación.

b) Para garantizar la saturación debe sobrar carbonato de amonio en el fondo del frasco.

5.25 Flúor. Solución de uso

Material necesario:
solución madre de flúor: véase la sección 4.11.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una pipeta volumétrica de 50 mililitros.

Etapas de la preparación

a) Con la pipeta, traslade 50 mililitros de la solución patrón de flúor (véase la sección 4.11) al matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

b) Complete el volumen con agua destilada y agite. Un mililitro de esta solución equivale a 0,005 miligramos de flúor.

5.26 Circonil. Solución

Material necesario:
una balanza analítica;
$ZrOCl_2.8H_2O$ (oxicloruro de circonio);
H_2SO_4 concentrado (D.=1,17), y
una espátula.

Material de vidrio:
un vidrio de reloj de cinco centímetros;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una pipeta volumétrica de 25 mililitros;
una pipeta graduada de 10 mililitros;
una pipeta volumétrica de 100 mililitros;
dos pipetas graduadas de 5 mililitros;
un embudo.

Etapas de la preparación

a) Pese 0,354 gramos de $ZrOCl_2.8H_2O$.

b) Trasládelo al matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

c) Agregue aproximadamente 600 mililitros de agua destilada y agite para disolverla.

d) Agregue gradualmente, con agitación constante y con ayuda de las pipetas (con la pera de succión), 33,3 mililitros de H_2SO_4 concentrado.

e) Agregue gradualmente, con agitación constante, 101 mililitros de HCl concentrado (p. a.).

f) Complete el volumen con agua destilada y espere una hora para usarlo.

Nota: en caso de que se caliente, espere que la temperatura se normalice hasta completar el volumen final.

5.27 Rojo de alizarina. Solución

Material necesario:
una balanza analítica;
rojo de alizarina;
una espátula;
un frasco para lavado.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un vidrio de reloj de cinco centímetros;
un embudo.

Etapas de la preparación

a) Pese exactamente 0,750 gramos de monosulfato de alizarina sódica (rojo de alizarina).

b) Trasládelo al matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

c) Complete el volumen con agua destilada.

Nota: conserve la solución en un frasco ámbar, en un lugar fresco y oscuro.

5.28 Tiosulfato de sodio. Solución de uso N / 40 (0,025 N)

A partir de la solución madre de $Na_2S_2O_3$ N / 10 (0,1 N)

Material necesario:
solución de $Na_2S_2O_3$ N/10 (0,1 N).

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
una pipeta volumétrica de 100 mililitros;
una pipeta volumétrica de 25 mililitros;
una bureta de 25 mililitros.

Cálculo

Use la siguiente fórmula:

$$\frac{25}{0{,}1 \; x \text{ F. C. de la } Na_2S_2O_3 \text{ N / 10}} =$$

mililitros de la solución madre de $Na_2S_2O_3$ N / 10 que, elevados a 1.000 mililitros, proporcionarán una solución N / 40 (0,025 N)

Etapas de la dilución

a) Traslade la cantidad en mililitros de la solución 4.7 dada por la fórmula anterior al matraz volumétrico.

b) Complete el volumen con agua destilada.

5.29 Sulfato de manganeso. Solución

Material necesario:
$MnSO_4.4H_2O$ o $MnSO_4.2H_2O$ o $MnSO_4.H_2O$ (sulfato de manganeso II tetra, bi o monohidratado);
una balanza;
una espátula.

Material de vidrio:
un vaso de 100 mililitros;
un matraz volumétrico de 200 mililitros, y
un embudo.

Etapas de la preparación

a) Pese:
   96 g de $MnSO_4.4H_2O$ ó
   74 g de $MnSO_4.H_2O$ u
   80 g de $MnSO_4.2H_2O$.
b) Trasládelo con agua destilada al matraz volumétrico de 200 mililitros.
c) Agite para disolverlo.
d) Complete el volumen con agua destilada.

5.30 Yoduro de potasio alcalino. Solución. KI

Material necesario:
NaOH (hidróxido de sodio) p. a.;
KI (yoduro de potasio);
una balanza, y
una espátula.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 200 mililitros;
un vaso de 100 mililitros;
un vidrio de reloj de ocho centímetros, y
un embudo.

Etapas de la preparación

a) Pese 100 gramos de NaOH en el vaso.
b) Trasládelo al matraz volumétrico de 200 mililitros con aproximadamente 100 mililitros de agua destilada.
c) Agite para disolverlo.
d) Pese 30 gramos de KI en el vidrio de reloj.
e) Trasládelo al matraz que contiene la solución de NaOH.
f) Agite para disolverlo.
g) Complete el volumen con agua destilada.

5.31 Almidón. Solución

Material necesario:
balanza;
espátula, y
almidón soluble.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 100 mililitros;
un embudo de vidrio, y
un vidrio de reloj de ocho centímetros.

Etapas de la preparación

a) Pese un gramo de almidón soluble en el vidrio de reloj.
b) Agregue una pequeña cantidad de agua destilada (la suficiente para formar una pasta).
c) Traslade la pasta al frasco volumétrico de 100 mililitros con ayuda de agua destilada hirviendo.
d) Agite bien para disolverlo.
e) Complete el volumen con agua destilada hirviendo.
f) Agite.
g) Cuando esté fría, agregue algunas gotas de cloroformo en la solución para que se conserve.

5.32 Jabón. Solución para uso

A partir de la solución de jabón madre.

Material necesario:
solución de jabón madre;
solución madre de $CaCO_3$; y
solución agua-alcohol al 80%.

Material de vidrio:
dos frascos neutros, de boca ancha y tapa esmerilada de 125 mililitros;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
dos buretas de 20 mililitros;
una pipeta volumétrica de 50 mililitros, y
una pipeta volumétrica de 25 mililitros.

Determinación del F. E. (factor espuma) de la solución madre

a) Llene una bureta de 20 mililitros con la solución de jabón.
b) Pipetee 50 mililitros de agua destilada, recién hervida y fría, a uno de los frascos neutros de boca ancha con tapa esmerilada de 125 mililitros.
c) Agregue al frasco (b) la solución de jabón, gota a gota, por la bureta. Tápelo y agite bien después de cada adición.
d) Repita (c) hasta que en toda la superficie del agua se produzca espuma sin que se deshaga durante cinco minutos.
e) Los mililitros utilizados en esta operación se denominan F. E. (factor espuma).

Nota: F. E. = mililitros de solución madre de jabón necesarios y suficientes para producir y mantener la espuma resistente durante cinco minutos.

Cálculo para la dilución de la solución madre

a) Llene la otra bureta con la solución patrón de $CaCO_3$
b) Agregue al otro frasco de boca ancha 25 mililitros de esta solución (véase la subsección 5.33).
c) Agregue 25 mililitros más de agua destilada recién hervida y fría.
d) Agregue, gota a gota y mediante la bureta (recargada), la solución madre de jabón (véase la sección 4.9), tape y agite el frasco después de cada adición.
e) Repita (d) hasta que se produzca una espuma que dure cinco minutos en toda la superficie del agua.

f) La solución en mililitros de la solución madre de jabón utilizada en (d) y (e) = K.

g) Calcule lo siguiente: (K ÷ F. E.) x 40 = mililitros de la solución madre necesarios para producir 1.000 mililitros de la solución de jabón para uso.

Preparación de la solución para uso

a) Traslade la cantidad de mililitros de la solución madre (véase la subsección 4.9) calculada en la subsección “Cálculo para la dilución de la solución madre” a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros.

b) Complete el volumen con la solución agua-alcohol 80% preparada en la subsección 4.8.

Nota: un mililitro de esta solución corresponde a un mililitro de $CaCO_3$.

El F. E. (factor espuma) de esta solución se determina como en la subsección “Determinación del F. E. (factor espuma) de la solución madre”.

5.33 $CaCO_3$. Solución madre

Material necesario:
una balanza analítica;
$CaCO_3$ ppt puro (producto químico);
NH_4OH (hidróxido de amonio);
una espátula;
un mechero Bunsen con trípode de fierro y rejilla de asbesto;
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;

un frasco Erlenmeyer de 500 mililitros, y
un vidrio de reloj de cinco centímetros.

Etapas de la preparación

a) Pese 1.000 gramos de $CaCO_3$ ppt anhidro puro.

b) Trasládelo a un Erlenmeyer de 500 mililitros.

c) Lave el vidrio de reloj y el embudo con una pequeña cantidad de la solución de HCl (ácido clorhídrico) 1:1 (un volumen de agua destilada más un volumen de HCl).

d) Agregue pequeñas porciones de HCl (1:1) en el frasco Erlenmeyer hasta que todo el $CaCO_3$ se haya disuelto.

e) Agregue aproximadamente 200 mililitros de agua destilada.

f) Hierva durante algunos minutos para eliminar el CO_2

g) Deje enfriar y agregue algunas gotas de rojo de metilo (véase la subsección 5.5).

h) Agregue NH_4OH para obtener una coloración anaranjada, o bien más HCl (1:1) si fuera necesario.

i) Trasládelo cuidadosamente a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros y lave el frasco Erlenmeyer repetidas veces con pequeñas cantidades de agua destilada.

j) Complete el volumen con agua destilada.

Un mililitro de esta solución = 1,00 miligramos de $CaCO_3$ suficiente para producir una dureza correspondiente a una ppm en un litro de agua.

5.34 Solución de soda reactiva

Material necesario:
una balanza;
una espátula;
$CaCO_3$, anhidro puro ppt, p. a. (carbonato de sodio), y
NaOH (hidróxido de sodio) p. a.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un vaso de 100 mililitros;
un embudo de ocho centímetros, y
un vidrio de reloj de ocho centímetros.

Etapas de la preparación

a) Pese aproximadamente dos gramos de NaOH con ayuda del vaso de 100 mililitros.
b) Trasládelo al matraz volumétrico de 1.000 mililitros que contiene una cantidad de agua destilada.
c) Pese aproximadamente 2,65 gramos de puro Ca_2CO_3 en el vidrio de reloj.
d) Trasládelo al matraz volumétrico de 1.000 mililitros con ayuda de agua destilada.
e) Agite hasta lograr la disolución total de ambos solutos.
f) Complete el volumen con agua destilada.

5.35 Cristales de NaCN (cianuro de sodio)

Debe usarse con cuidado (con una espátula pequeña).

Es tóxico: evite la ingestión de gases de cianuro pues son mortales.

5.36 Solución amortiguadora

Material necesario:
una balanza analítica;
sal de EDTA o Na_2EDTA (producto químico);
NH_4OH (hidróxido de amonio);
NH_4Cl (cloruro de amonio);
$MgSO_4.7\ H_2O$ (sulfato de magnesio), o
$MgSO_2.6\ H_2O$ (cloruro de magnesio), y
espátulas de porcelana.

Material de vidrio:
un vaso de 400 mililitros;
dos vasos de 100 mililitros;
una probeta de 250 mililitros;
una probeta de 100 mililitros;
dos varillas de vidrio, y
tres vidrios de reloj de ocho centímetros

Etapas de la preparación

a) Pese exactamente 1,170 gramos de sal del EDTA o Na_2EDTA p. a. en un vidrio de reloj.
b) Pese 0,780 gramos de $MgSO_4.7\ H_2O$ en otro vidrio de reloj o 0,644 gramos de $MgCl_2.6\ H_2O$.
c) Traslade cuidadosamente los dos reactivos pesados a un vaso de 100 mililitros.
d) Pese 16,9 gramos de NH_4Cl (cloruro de amonio) en un vaso de 100 mililitros.

e) Trasládelo a un vaso de 400 mililitros.

f) Agregue 143 mililitros de NH_4OH (hidróxido de amonio) concentrado para disolver el NH_4Cl.

g) Vierta la primera solución sobre la segunda sin dejar de agitar.

h) Traslade la última solución a una probeta de 250 mililitros y complete el volumen con agua destilada hasta 250 mililitros.

i) Haga que la solución se vuelva homogénea y consérvela en un frasco bien cerrado.

5.37 Mezcla indicadora sólida: negro de eriocromo

Material necesario:
una balanza;
una espátula de porcelana;
un mortero de 10 centímetros, y
negro de eriocromo.

Material de vidrio:
un vaso de 100 mililitros;
un vidrio de reloj de ocho centímetros.

Etapas de la preparación

a) Pese 0,500 gramos de tintura de negro de eriocromo en el vidrio de reloj.

b) Pese 100 gramos de NaCl (cloruro de sodio) p. a.

c) Traslade las dos sustancias a un mortero.

d) Triture hasta que el color negro de la tintura esté distribuido uniformemente con la sal.

e) Consérvelo en un frasco de boca ancha bien cerrado.

5.38 Titulador EDTA

Material necesario:
sal de EDTA o Na_2EDTA p. a.;
balanza analítica, y
una espátula de loza.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 1.000 mililitros;
un vaso de 250 mililitros;
un vidrio de reloj de ocho centímetros, y
un embudo de ocho centímetros

Etapas de la preparación

a) Pese cuidadosamente 3,7230 gramos de sal de EDTA o Na_2EDTA p. a.

b) Trasládelos cuidadosamente a un vaso de 250 mililitros.

c) Dilúyalos en 150 mililitros de agua destilada.

d) Traslade la solución cuidadosamente a un matraz volumétrico de 1.000 mililitros; lave el vaso con tres porciones de 100 mililitros de agua destilada.

e) Complete el volumen con agua destilada.

f) Agite bien.

5.39 Solución de cloro (agua de cloro)

Material necesario:
una manguera;

difusor (tela de filtro);
una espátula de porcelana;
yoduro de potasio KI;
ácido acético glacial;
solución de $Na_2S_2O_3$ N / 40 (0,025 N), y
solución de almidón.

Material de vidrio:
un frasco de boca ancha de dos litros;
un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros;
dos pipetas graduadas de cinco mililitros, y
una bureta de 25 mililitros.

Etapas de la preparación

a) En un frasco de boca ancha con aproximadamente 1.500 mililitros de agua destilada, haga burbujear el cloro con el difusor.

b) Agite para homogeneizar.

Titulación de la solución

a) En un frasco Erlenmeyer de 250 mililitros disuelva aproximadamente dos gramos de KI en 50 mililitros de agua destilada.

b) Agregue dos mililitros de ácido acético glacial.

c) Pipetee cinco mililitros del agua de cloro a este frasco Erlenmeyer.

d) Con la solución de $Na_2S_2O_3$ N / 40 (véase la sección 5.15) y con la bureta, titule el yodo con la solución de almidón como auxiliar del viraje.

Cálculo

Mililitros de la solución de $Na_2S_2O_3$ N / 40 (véase la sección 5.15) utilizados, multiplicados por 0,1773 = gramos de cloro por litro de solución.

Preparación de la solución de cloro con un gramo por litro

Cálculo

$$\frac{1.000}{\text{g de cloro por L}} = \text{mililitros del agua de cloro que, elevados a 1.000 mililitros con agua destilada, proporcionarán la solución deseada}$$

a) Pipetee a un frasco volumétrico la cantidad de agua de cloro calculada anteriormente.

b) Complete el volumen con agua destilada.

5.40 Acetato de plomo. Solución al 1%

Material necesario:
una balanza;
acetato de plomo.

Material de vidrio:
un matraz volumétrico de 100 mililitros;
un embudo de ocho centímetros;
un vidrio de reloj de ocho centímetros;
una espátula de porcelana.

Etapas de la preparación

a) Pese un gramo de acetato de plomo $Pb(H_3CCOO)_2$.

b) Trasládelo a un matraz volumétrico de 100 mililitros.

c) Agregue aproximadamente 50 mililitros de agua destilada.

d) Agite para disolver.

e) Complete el volumen con agua destilada.

f) Agite para homogeneizar.

Tabla 11

ALGUNOS INDICADORES PARA pH							
Volumen en mL		NaOH	Para cada 0,100 g	Zona de pH	mL de solución	Conc. en %	Transición de colores
H_2O dest.	Alcohol	N / 20 mL					
500	-	5,9	Rojo de cresol	0,2 a 1,8	0,5	0,02	Rojo-amarillo
500	-	9,4	Azul de timol ácido	1,2 a 2,8	0,5	0,02	Rojo-amarillo
250	-	5,9	Púrpura de metacresol	1,2 a 2,8	0,5	0,04	Rojo-amarillo
250	-	4,1	Azul de bromofenol	3,0 a 4,6	0,5	0,04	Amarillo-azul
200	300	7,4	Rojo de metilo	4,4 a 6,0	0,2	0,02	Rojo-amarillo
250	-	3,4	Verde de bromocresol	4,0 a 5,6	0,5	0,04	Amarillo-azul
250	-	4,1	Púrpura de bromocresol	5,2 a 6,6	0,5	0,04	Amarillo-púrpura
250	-	5,2	Rojo de clorofenol	5,2 a 6,8	0,25	0,04	Amarillo-rojo
250	-	3,5	Azul de bromotimol	6,0 a 7,6	0,5	0,04	Amarillo-azul
500	-	6,3	Rojo de fenol	6,8 a 8,4	0,25	0,02	Amarillo-rojo
500	-	5,9	Rojo de cresol	7,2 a 8,8	0,5	0,02	Amarillo-rojo
250	-	4,7	Azul de timol	8,0 a 9,6	0,5	0,04	Amarillo-azul
200	300	Neut.	Fenolftaleína	8,6 a 10,2	0,5	0,02	Rosa pálido-carmín

Nota: muestra de 10 mililitros; tubo de ensayo de 13 milímetros; variación de pH = 0,2.

Equipo

A = material mínimo para el laboratorio de una planta convencional de tratamiento de agua.

B = material mínimo para los análisis de este manual.

Tabla 12

Orden	Equipo	A	B
5.1	Termómetro para aire máximo y mínimo.		2
5.2	Termómetro para agua.	2	2
5.3	Equipo para ensayo de coagulación, tipo agitador, para seis pruebas en línea, de 110 a 220 voltios, con seis vasos de 1.000 mililitros.		
5.4	Turbidímetro de Hellige completo con seis tubos de ensayo, bombillas de 110 voltios y gráficos.	1	1
5.5	Aqua-Tester de Hellige completo, con tubos de ensayo, bombillas de 110 voltios y disco para color de 0,0 a 70 ppm o Nesslerizador de Lovibond con tubos de ensayo y disco para color de agua de 0,0 a 70 ppm.	1	1
5.6	Comparador colorimétrico para pH y cloro residual, tubos de ensayo de 13 milímetros y discos: rojo de metilo pH 4,4 a 6,0 azul de bromotimol pH 6,0 a 7,6 rojo de fenol pH 6,8 a 8,4 fenolftaleína pH 6,8 a 8,4 cloro residual 0,0 a 1,0 ppm cloro residual 0,1 a 2,0 ppm	1	1
5.7	Destilador continuo para agua con calentamiento eléctrico de 220 voltios, tipo pared, capacidad de dos litros por hora.	1	1
5.8 ó 5.8 A	Balanza técnica, caja de vidrio, capacidad de 200 gramos con sus respectivos pesos. ó Balanza analítica con carga máxima para 161 gramos, exactitud de aproximadamente 0,1 miligramos; división de la escala ≅ 0,1 miligramos; lectura digital continua; pesaje automático de un gramo.	1	1
5.9	Instrumental para baño María para tres pruebas, calentamiento eléctrico de 220 voltios, tipo Fabbe 111 ó similar.		
5.10	Mecheros de Bunsen.		

MATERIAL DE VIDRIO

A = Material mínimo para el laboratorio de una planta de tratamiento de agua convencional.
B = Material mínimo para los análisis presentados en este manual.

Tabla 13

ORDEN	MATERIAL DE VIDRIO	A	B
6.1	Matraces volumétricos de 1.000 mL	3	6
6.2	" " " 500 mL	3	6
6.3	" " " 250 mL	3	6
6.4	" " " 200 mL	3	6
6.5	" " " 100 mL	2	4
6.6	Matraz de fondo chato y cuello corto, 250 mL	6	10
6.7	Buretas con división a 1/10 50 mL	4	6
6.8	" " " " 25 mL		4
6.9	" " " " 20 mL		2
6.10	Vasos de precipitado de 2.000 mL		2
6.11	" " " " 1.000 mL	6	6
6.12	" " " " 400 mL		2
6.13	" " " " 250 mL		3
6.14	" " " " 100 mL	2	4
6.15	Erlenmeyer de 500 mL		4
6.16	" " 250 mL	4	8
6.17	Frascos ámbar de boca ancha de 500 mL con tapa.		12
6.18	Frascos de vidrio neutro y boca ancha de 125 mL de tapa esmerilada		4
6.19	Frasco de vidrio claro de 250 mL y tapa esmerilada y achaflanada		6
6.20	Cuentagotas con pipetas	12	12
6.21	Recipiente de vidrio ámbar con tapas esmeriladas de 1.000 mL	6	8
6.22	" " " " " 500 mL	6	8
6.23	" " " " " 250 mL	4	6

ORDEN	MATERIAL DE VIDRIO	A	B
6.24	Vidrio claro con tapas esmeriladas de 1.000 mL	6	12
6.25	" " " " 500 mL	6	8
6.26	" " " " 250 mL	3	6
6.27	" " " " 100 mL	2	6
6.28	Embudo de vidrio de 15 cm	2	4
6.29	" " " " 8 cm	2	3
6.30	Pipeta graduada de 10 mL	2	6
6.31	" " " 5 mL	2	6
6.32	" " " 1 mL	2	5
6.33	Pipeta volumétrica de 100 mL	2	4
6.34	" " " 50 mL	2	4
6.35	" " " 25 mL	2	4
6.36	Probeta graduada de 1.000 mL	1	2
6.37	" " " 250 mL	1	2
6.38	" " " 100 mL	3	6
6.39	Varillas de vidrio	½ k	½ k
6.40	Grifos de vidrio de 6 mm	2	2
6.41	Tubos Nessler de 100 mL		6
6.42	" " " 50 mL		6
6.43	Vidrios de reloj de 10 cm	3	5
6.44	" " " " 8 cm	3	5
6.45	" " " " 5 cm	3	5
6.46	Frascos de cinco litros, con grifo lateral para el agua destilada	1	1
6.47	Succionador de vidrio para vacío		2
6.48	Frascos de boca ancha de dos litros		2

Materiales diversos

A = Material mínimo para el laboratorio de una planta de tratamiento de agua convencional.
B = Material mínimo requerido para los análisis presentados en este manual.

Tabla 14

Orden	Materiales diversos	A	B
7.1	Espátula de 20 cm	1	2
7.2	Espátula de porcelana de 15 cm	1	3
7.3	Espátula pequeña para indicadores	1	2
7.4	Mortero de porcelana de 10 cm	1	1
7.5	Mortero de ágata de 6 cm con mango	1	1
7.6	Trípodes para mecheros Bunsen		3
7.7	Rejillas de asbesto		3
7.8	Soportes para buretas	2	3
7.9	Soportes para seis tubos Nessler		1
7.10	Caja con papel de filtro		1
7.11	Cuchara pequeña		1
7.12	Tapas de jebe de diversos tamaños		10
7.13	Tapas de corcho de diversos tamaños		25
7.14	Perforador de tapas		1
7.15	Frasco para lavado		1

Productos químicos

A = Material mínimo para el laboratorio convencional de una planta de tratamiento de agua.
B = Material mínimo requerido para los análisis presentados en este manual.

Tabla 15

Orden	Gramos	Productos químicos	A	B
8.1	500	Ácido acético p. a. CH_3 OOH		1
8.2	1000	Ácido clorhídrico p. a. HCl		1
8.3	600	Ácido nítrico p. a. HNO_3		1
8.4	1500	Ácido sulfúrico p. a. H_2SO_4	1	1
8.5	1000	Alcohol etílico rectificado 95%		1
8.6	100	Almidón soluble	1	1
8.7	5	Azul de bromotimol		1
8.8		Cal CaO	1	1
8.9		Cal clorada	1	1
8.10	250	Carbonato de amonio $(NH_4)_2CO_3$		1
8.11	500	Carbonato de calcio ppt $CaCO_3$		1
8.12	100	Carbonato de sodio p. a. Na_2CO_3	1	1
8.13		Carbón activado	1	1
8.14		Cloro		1
8.15	100	Cloroformo técnico	1	1
8.16	100	Cloruro de amonio p. a. $(NH_4)Cl$		1
8.17	100	Cloruro de sodio p. a. NaCl		1
8.18	100	Cianuro de sodio p. a. NaON		1
8.19	100	Bicromato de potasio p. a. $K_2Cr_2O_7$		1
8.20		Etilen-diamintetracetato bihidratado		1
		bisódico anhidro p. a. EDTA o Na_2EDTA		1
8.21	10	Negro de eriocromo		1
8.22	10	Fenolftaleína $(C_6H_4OH)_2COC_6H_4CO$		1
8.23		Fluoruro de sodio p. a. NaF		1
8.24	10	Hematoxilina	1	1
8.25		Hidróxido de amonio p. a. NH_4OH		1
8.26	250	Hidróxido de calcio p. a. $Ca(OH)_2$		1

ORDEN	GRAMOS	PRODUCTOS QUÍMICOS	A	B
8.27	250	Hidróxido de sodio p. a. NaOH	1	1
8.28		Hipoclorito de sodio p. a. NaOCl		1
8.29	100	Hiposulfato de sodio p. a. $Na_2S_2O_3.5\ H_2O$		1
8.30	100	Yoduro de potasio p. a. KI		1
8.31	5	Metaarsenito de sodio $NaAsO_2$	1	1
8.32	25	Anaranjado de metilo	1	1
8.33	25	Ortotolidina $C_{14}H_{16}N_2$	1	1
8.34	100	Oxalato de amonio p. a. $(NH_4)_2C_2O_4.H_2O$		1
8.35	10	Oxicloruro de circonio $ZrOCl_2.8\ H_2O$	1	1
8.36	250	Permanganato de potasio $KMnO_4$	1	1
8.37	300	Jabón de Marsella		1
8.38	500	Sacarosa		1
8.39		Sílice fluoruro de sodio Na_2SiF_6		1
8.40		Sulfato de aluminio $Al_2(SO_4)_3.18\ H_2O$		
8.41	500	Sulfato de aluminio y amonio p. a. $Al_2(SO_4)_3.(NH_4)_2SO_4.24\ H_2O$		1
8.42	500	Sulfato de amonio $(NH_4)_2SO_4$		1
8.43		Sulfato de cobre $CuSO_4.5\ H_2O$		1
8.44		Sulfato de magnesio $MnSO_4.7\ H_2O$		1
8.45		Sulfato de fierro $FeSO_4$		1
8.46	100	Sulfato de fierro II amoniacal p. a. $Fe(SO_4).(NH_4)\ 2\ SO_4.6\ H_2$		1
8.47	100	Sulfato de manganeso II p. a. $MnSO_4$ o $MnSO_4.2H_2$ o $MnSO_4.4H_2O$		1
8.48	100	Tiocianuro de potasio p. a. KCNS	1	1
8.49	5	Rojo de metilo	1	1
8.50	5	Rojo de fenol		1
8.51	10	Rojo de alizarina		
8.52		Acetato de plomo		

6. BALANZAS

Las balanzas son instrumentos destinados a medir el peso relativo o masa de los cuerpos. En una planta de tratamiento de agua estos instrumentos se utilizan para lo siguiente:

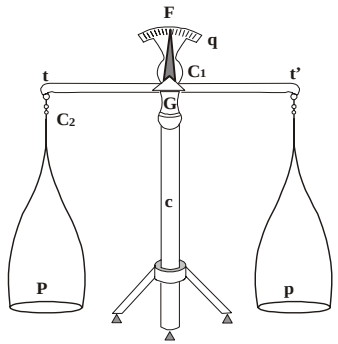
a) mediciones gruesas del peso de coagulantes, alcalinizantes, desinfectantes, etcétera;

b) mediciones finas en el laboratorio para preparar reactivos e indicadores usados en el control de la eficiencia del tratamiento, calibración de pipetas y otros instrumentos volumétricos, etcétera.

6.1 Balanza común

La balanza ordinaria se compone de una palanca horizontal (t-t') llamada astil, que tiene en el centro un prisma triangular de acero; y un cuchillo (C_1), con una de las aristas volteada hacia abajo (véase la Figura 29).

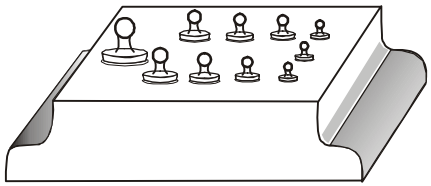
Figura 29



tt'= astil; c = columna; C_1, C_2 = cuchillos; F = fiel; G = punto de gravedad; p = platillo; q = cuadrante.

El cuchillo (C_1) sale por ambos lados del astil y se apoya sobre los planos horizontales que se encuentran en la columna metálica (c) que sostiene el aparato. La arista del cuchillo (C_1) sirve de eje alrededor del cual el astil puede oscilar libremente. En los extremos del astil hay dos cuchillos más (C_2) con una de las aristas volteada hacia arriba. Sobre estos se encuentran los platillos (p) colgados que reciben los cuerpos que se quiere pesar y las pesas patrón (véase la Figura 30).

Figura 30



Pesas patrón

Las aristas de los tres cuchillos deben ser paralelas y estar situadas en el mismo plano, es decir, la línea del astil que pasa por estas debe ser una recta.

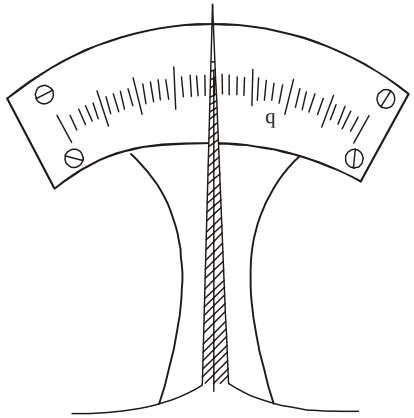
1) Las distancias entre el centro y los cuchillos C_1 y C_2 deben ser idénticas. Ellas forman los brazos de la balanza.

   Perpendicularmente a la línea del astil y al centro de este, se encuentra una aguja (F) denominada fiel que puede recorrer un pequeño cuadrante graduado (q) fijado en el soporte de la balanza. El punto cero de esta graduación corresponde al punto frente al cual debe quedar el fiel cuando la balanza está en equilibrio; las demás divisiones son simétricas, a ambos lados del cero (véase la Figura 31).

2) Cualquiera que sea la posición del astil, las fuerzas que actúan sobre los platillos son paralelas y tienen un resultante que se puede considerar aplicado en un punto G variable en relación con el astil. Tal punto (G) es el centro de gravedad del sistema móvil de la balanza.

   Para que el sistema quede en equilibrio en la posición horizontal del astil, es necesario que el punto G esté colocado en la vertical que pasa por el eje de suspensión de la balanza, es decir, por la arista del cuchillo C_1.

Figura 31



Cuadrante

3) La balanza mide la masa de los cuerpos directamente:

- los brazos de la balanza (C_1, C_2) son iguales;
- los platillos de la balanza (p) tienen pesos iguales;
- en un platillo se coloca el cuerpo y en el otro el peso patrón; así, el astil puede permanecer en posición horizontal;
- la fuerza aplicada en los platillos debe ser igual.

Sea P el peso del cuerpo y P_1 el peso patrón.

$$P = P_1$$

Sea M la masa del cuerpo y M_1 la del peso patrón.

g es la aceleración de la gravedad —idéntica en el cuerpo y el peso patrón— por estar en la misma posición geográfica.

$$P = M.g \text{ y } P_1 = M_1.g$$

Donde

$$M.g = M_1.g \text{ ó } M = M_1$$

4) Se llama **carga máxima de la balanza** a la mayor carga que se puede colocar en sus platillos sin producir la flexión del astil.

5) Toda balanza buena debe ser estable, exacta, fiel y sensible.

Estabilidad de la balanza

La balanza debe ser estable para que el instrumento retome la posición de equilibrio cuando la pierda. Para ello es preciso que el centro de la gravedad (G) del sistema móvil quede debajo del eje de suspensión. Si el centro de gravedad está sobre el eje de suspensión, el equilibrio será precario; es decir, la menor carga del platillo modificará la posición natural de equilibrio, la que no será retomada. Se dice entonces que la balanza está descompensada. Cuando el centro de gravedad coincide con el eje, el equilibrio será indiferente; el astil permanecerá en la posición en que se lo coloque.

Exactitud de la balanza

Se dice que una balanza es exacta cuando indica con exactitud las masas que pesa. En la balanza exacta, el astil no solo toma la posición horizontal cuando los platillos están vacíos sino también cuando sostienen masas iguales. Para verificar la exactitud de la balanza, se coloca cualquier objeto en uno de los platillos y se equilibra colocando en el otro platillo las pesas patrón. Si la balanza es exacta, el astil permanecerá en posición horizontal.

Para que una balanza sea justa:

- los brazos del astil deben ser exactamente iguales en tamaño y peso;
- los platillos también deben tener el mismo peso.

Si no se cumplen estas condiciones, el astil permanecerá en equilibrio aun cuando los pesos colocados en los platillos estén en razón inversa al tamaño (de los pesos) de los brazos.

Fidelidad de la balanza

La balanza es fiel cuando la posición de equilibrio del astil, bajo la acción de los mismos pesos, siempre es la misma y no depende de la posición de los platillos. Esto se puede verificar cuando las aristas de los cuchillos son paralelas, lo cual evita que el tamaño de los brazos varíe de un peso a otro.

Sensibilidad de las balanzas

La balanza es sensible cuando el astil se inclina considerablemente por la acción de un pequeño peso colocado en uno de sus platillos. El movimiento del fiel frente al cuadrante permite apreciar la sensibilidad de la balanza. Si la menor carga que determina un movimiento sensible del fiel fuera un miligramo, se dice que la balanza es sensible al miligramo.

Para que la balanza sea sensible se deben cumplir las siguientes condiciones:

1) Los brazos deben ser largos. Cuanto más largos sean los brazos, menor será la fuerza necesaria para su movimiento.

2) El peso del astil y el de los platillos debe ser el menor posible.

3) El centro de gravedad del sistema móvil debe permanecer lo más cerca posible del eje de suspensión.

6.2 Métodos de pesaje

Existen diversos métodos de pesaje, según las características de las balanzas o de la precisión que se quiera dar al peso.

Método de pesaje simple

Se coloca el cuerpo que se desea pesar en uno de los platillos de la balanza y en el otro, pesas patrón de un determinado peso hasta que el astil quede en posición horizontal. Se suman los valores de las pesas patrón y el total será el peso buscado. Este método se usa generalmente en el comercio y solo se debe aplicar cuando la balanza sea muy exacta y cuando no se desea mucha precisión.

Método de pesaje por sustitución (de margen)

Consiste en colocar el cuerpo que se desea pesar en uno de los platillos y la tara en el otro platillo de la balanza hasta obtener la posición horizontal del astil. Luego, se retira el cuerpo y se lo sustituye por pesas patrón hasta lograr nuevamente el equilibrio. La suma de los valores de las pesas patrón será el peso buscado. Este método se puede emplear incluso cuando la balanza no es exacta.

Método de doble pesaje (de Gauss)

Este método consiste en tomar el peso del cuerpo en uno de los platillos de la balanza y luego en el otro. Se multiplican los pesos

obtenidos y se extrae la raíz cuadrada del producto. El resultado de la operación es el peso buscado.

Por lo general, como la diferencia de pesos es mínima, se adopta como peso del cuerpo la media aritmética de los pesos (esto es, la suma de los dos pesos dividido entre dos).

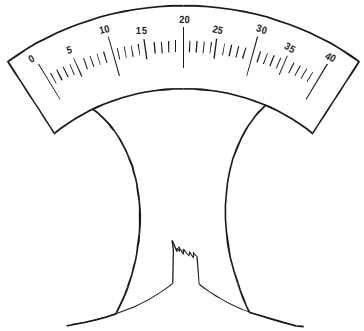
Método de pesaje por oscilaciones

Para aplicar este método se requiere un artificio.

Mentalmente, se hace el cuadrante numerado como en una escala a partir de la derecha o de la izquierda, en una secuencia.

Por ejemplo: Figura 32.

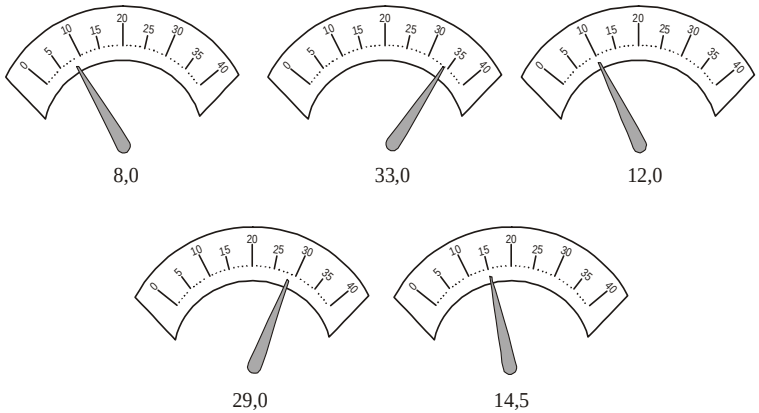
Figura 32



Valores en el cuadrante

1) Se deja libre la balanza vacía y se toman las primeras oscilaciones; se hacen cinco lecturas consecutivas de los puntos máximos alcanzados por el fiel, en el cuadrante, dos a la derecha y tres a la izquierda (o viceversa). Por ejemplo:

Figura 33



Los valores obtenidos a partir de la figura 33 fueron los siguientes: 8,0; 33,0; 12,0; 29,0; 14,5.

Los valores obtenidos a la izquierda de la balanza (en relación con el 20 del cuadrante) fueron los siguientes: 8,0; 12,0; 14,5.

Los valores obtenidos a la derecha de la balanza fueron los siguientes: 33,0; 29,0.

Se suman los valores obtenidos a la izquierda y se calcula la media aritmética.

8,0 + 12,0 + 14,5 = 34,5 34,5 : 3 = 11,5

Se suman los valores obtenidos a la derecha y se calcula la media aritmética.

33,0 + 29,0 = 62,0 62,0 : 2 = 31,0

Se calcula la media aritmética de las dos medias obtenidas.

11,5 + 31,0 = 42,5 42,5 : 2 = 21,25

21,25 es el punto teórico en el que la balanza dejaría de oscilar, sin carga; es decir, el fiel señalaría esta posición al dejar de oscilar.

Este punto se llama punto cero, C.

C = 21,25

2) Se coloca el objeto en el platillo de la izquierda de la balanza y los pesos correspondientes en el platillo de la derecha. Se coloca el dispositivo del fiel en el punto conveniente de mejor equilibrio del astil.

Si la suma de los pesos medidos es igual a 13,520 gramos, y el dispositivo del fiel, por ejemplo, está colocado en el punto 3 a la derecha del brazo,

el peso del objeto en este momento será: 13,523 g

Se deja libre la balanza, se toman las primeras oscilaciones y se hacen cinco lecturas como en (1).

Si fueran 32,0; 12,0; 31,5;14,0; 28,0.

Se repiten los cálculos realizados en (2).

Izquierda	Derecha
12,0 + 14,0 = 26,0	32,0 + 31,5 + 28,0 = 91,5
26,0 : 2 = 13,0	91,5 : 3 = 30,5

13,5 = 30,5 = 43,5

43,5 : 2 = 21,75

Este punto se llama punto de equilibrio, E.

E = 21,75

Teóricamente, es el punto en el que el fiel se detiene cuando la balanza deja de oscilar con las cargas. Obsérvese que cuando las pesas colocadas en los platillos de la derecha tienen exactamente el mismo peso que el objeto, el punto de reposo será igual a C = 21,25; E = 21,75, en consecuencia, a la derecha de C. Se concluye que falta peso en el lado derecho del brazo.

3) El dispositivo del fiel se coloca en el punto 4 de la regla del astil; de esta manera, se aumenta la masa del brazo derecho en un miligramo.

Se deja libre la balanza y se toman las primeras oscilaciones; se hacen cinco lecturas. Por ejemplo:

9,0; 32,0; 10,5; 31,0; 11,0.

Y se calcula tal como en (1) y (2).

Izquierda	Derecha
9,0 + 10,5 + 11,0 = 30,5	32,0 + 31,0 = 63,0
30,5 : 3 = 10,16	63,0 : 2 = 31,5
10,16 + 31,5 = 41,66	
41,66 : 2 = 20,83	

Con el aumento de un miligramo en el brazo derecho de la balanza, el punto teórico de reposo se movió a 20,83.

Se llama a este punto **punto de sensibilidad**, S.

En el ejercicio anterior, S = 20,83.

Se observa lo siguiente:

Si S fuera igual a C, el peso del objeto sería igual al de los pesos medidos (en este caso, 13,524 gramos).

Si E fuera igual a C, el peso del objeto sería igual al de los pesos medidos (en este caso, 13,523 gramos).

Como en el ejemplo E es mayor que C, falta peso calibrado en el brazo derecho de la balanza. Si S es menor que C, entonces, con el aumento de un miligramo de peso en el brazo derecho, el punto de reposo pasó a la izquierda de C.

En conclusión, el peso que se debería aumentar en el brazo derecho sería menor que un miligramo.

Pero cuando se aumentó un miligramo en el brazo derecho (3) el punto de reposo, que era E = 21,75, cambió a S = 20,83.

E – C = 21,75 – 21,25 = 0,5

solo se necesitará mover 0,5 rayas del cuadrante.

El peso que se va a aumentar se calcula de la siguiente forma:

1 mg mueve 0,92 rayas del cuadrante

para mover

x mg 0,5 rayas

$$x = \frac{1 \times 0,5}{0,92} = 0,54 \text{ mg} = 0,00054 \text{ g}$$

El peso en (2) era 13,523 gramos. Si se suman 0,00054 gramos, necesarios para el reposo en C = 21,25, se concluye que el peso del objeto es de 13,52354 gramos. Según los cálculos, se verifica que la última posición decimal no es exacta (es aproximada).

El peso representado es siempre correcto hasta la penúltima posición decimal. La última es aproximada.

Cuando se indica que el peso debe ser de 2,000 gramos, ello significa que tal cantidad debe ser exacta hasta la tercera posición decimal; es decir, hasta los miligramos.

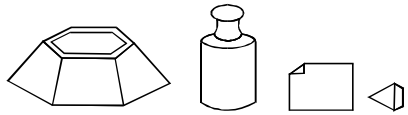
6.3 Cajas de pesas

Las pesas patrón —también conocidas como pesas calibradas—, que sirven para equilibrar los cuerpos que se van a pesar, se colocan en cajas que acompañan a las balanzas. Estas pesas se gradúan en gramos y forman series que permiten realizar combinaciones adecuadas para los diversos pesajes.

Cada serie tiene un peso igual a una unidad decimal, uno igual a la mitad de esta, dos iguales a la quinta parte y uno igual a la décima parte. Por ejemplo, una caja cuyo mayor peso es un kilogramo y el menor 0,1 gramos está conformada de la siguiente manera:

1 kg	Š	500 g	Š	200 g	Š	200 g	Š	100 g
100 g	Š	50 g	Š	20 g	Š	20 g	Š	10 g
10 g	Š	5 g	Š	2 g	Š	2 g	Š	1 g
1 g	Š	0,5 g	Š	0,2 g	Š	0,2 g	Š	0,1 g

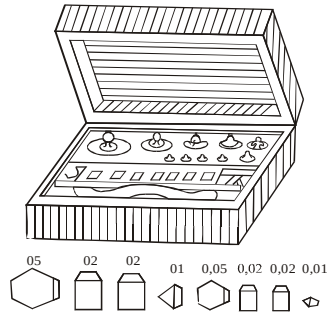
Figura 34



Distintas formas de pesas

Hasta un gramo, por lo general, las pesas tienen forma cilíndrica o de pirámide trunca. Las pesas inferiores a un gramo están conformadas por pequeñas placas metálicas (véase la Figura 34).

Figura 35



Esta manera de organizar la caja de pesas permite realizar pesajes desde el menor peso existente en la caja hasta el doble del mayor (véase la Figura 35).

6.4 Balanzas de precisión

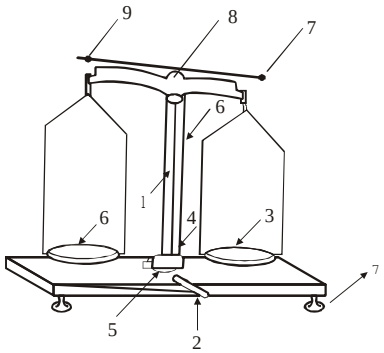
En los laboratorios se utilizan balanzas de mayor precisión:

€ balanza técnica para pesos de hasta 0,01 gramos.
€ balanza analítica para pesos de hasta 0,0001 gramos.

Balanza técnica (para pesos de hasta 0,01 gramos)

Por lo general, la balanza técnica está montada sobre una plataforma descubierta con tres tornillos especiales, como apoyo para nivelarla (véase la Figura 36).

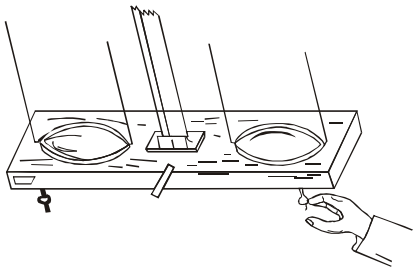
Figura 36



1 = columna metálica; 2 = viga de descanso; 3 = platillos; 4 = fiel; 5 = cuadrante; 6 = plomada; 7 = tornillos para nivelación; 8 = astil; 9 = tornillos para calibrar.

Para nivelar la plataforma mediante los tornillos de nivelación (7) (véase la Figura 36) se usa la plomada (6). La plataforma está nivelada cuando la punta de la plomada del hilo está exactamente sobre la punta de la plomada fija en la columna metálica (véase la Figura 37).

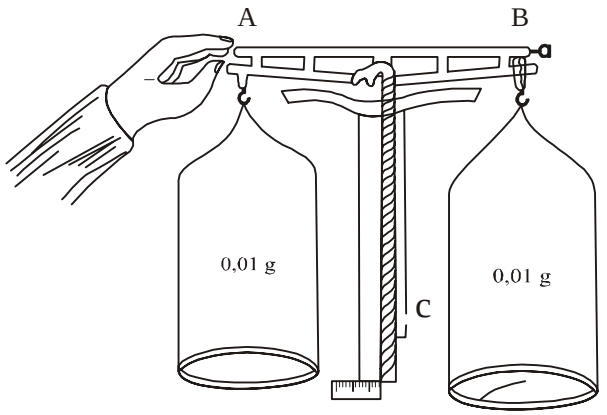
Figura 37



Una vez nivelada la plataforma de la balanza, no se debe cambiar de lugar. Será colocada en un lugar definitivo sobre una mesa libre de oscilación y protegida contra la humedad y el polvo.

Cuando la balanza está nivelada, se verifica si es exacta. Con ayuda de la viga de descanso (2) (Figura 36) se deja libre la balanza y se verifica si el fiel oscila simétricamente a ambos lados del cero del cuadrante. La oscilación se puede modificar mediante dos pequeños tornillos (A y B) colocados en los dos extremos del astil (véase la Figura 38).

Figura 38



En caso de ajuste, se debe dejar descansar el astil. Si el fiel se inclina hacia la izquierda, se debe guiar el tornillo de la derecha (B) hacia el centro del astil o el izquierdo (A), distanciado de este y viceversa.

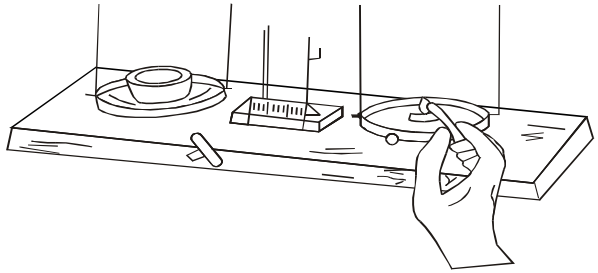
Si el fiel oscila de un lado a otro a través del cuadrante en igual número de división a partir de la mitad de la escala (o tiene una o dos divisiones más en una dirección que en otra), se puede considerar que la balanza está ajustada.

Reglas de pesaje

Los objetos que se van a pesar, así como las pesas, se deben colocar o sacar de los platillos con la balanza trabada.

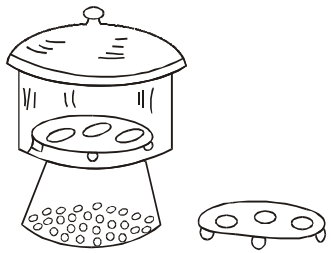
Los sólidos se pesan sobre un vidrio de reloj, un crisol o en una hoja de papel limpia, mientras que los líquidos se pesan en un pesafiltros o en un vaso (véase la Figura 39).

Figura 39



Los crisoles calientes o cápsulas se deben dejar enfriar, a temperatura ambiente, en aparatos para secar, antes de pesarlos (véase la Figura 40).

Figura 40



El aparato para secar es un envase de vidrio, de paredes gruesas, con tapa de vidrio adaptada por fricción. En el fondo se colocan sustancias que pueden absorber la humedad.

El objeto que se va a pesar se debe colocar en el platillo izquierdo de la balanza; se coloca en el platillo derecho un peso aproximadamente igual al del objeto con la ayuda de una pinza (véase la Figura 39). Si se trata de mucho peso, se sustituye por otro más bajo y así sucesivamente hasta que el objeto esté balanceado (el fiel debe oscilar igual número de divisiones hacia la izquierda y hacia la derecha desde el cero en el cuadrante).

La suma de las pesas en el platillo de la izquierda proporcionará el peso del objeto. Esta suma se puede realizar directamente con las pesas del platillo, a través de la verificación de aquellas pesas que estén ausentes en la caja de pesas, o bien de ambas maneras.

En una tarea, el pesaje se debe realizar con la misma balanza y serie de pesas.

Después de usar las pesas, se las debe volver a colocar en sus respectivos lugares con ayuda de una pinza.

Balanza analítica (para pesar hasta 0,0001 gramos)

Las balanzas analíticas están hechas para satisfacer de la mejor manera posible las condiciones de sensibilidad y exactitud. El astil de estas balanzas tiene una forma especial; en la parte superior cuenta con una regla vacía en la mayor parte de su interior para disminuir su peso. En los extremos se encuentran los cuchillos (generalmente de ágata) que sostienen los platillos (véase las Figuras 40a y b).

Figura 40a

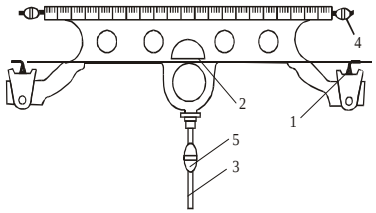
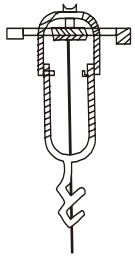


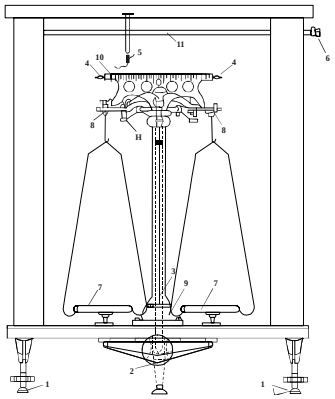
Figura 40b



a) astil; b) estribo de apoyo para los platillos; 1 = cuchillo (de ágata) para el apoyo de los platos; 2 = cuchillo (de ágata) del astil; 3 = fiel; 4 = tornillos para ajustar las oscilaciones; 5 = tornillo que permite desplazar el centro de gravedad para variar la sensibilidad.

Para evitar que las aristas de los cuchillos que sostienen el astil y los platillos se desgasten debido al roce contra el apoyo (también de ágata), conviene levantar los platillos y el astil cuando la balanza no está funcionando. Para esto hay una pieza; la horquilla (H) (véase la Figura 41) que se puede bajar o levantar por medio de un sistema de palancas movidas por la viga de descanso (2) (véase la Figura 41).

Figura 41



H = horquilla; 1 = tornillo para nivelación; 2 = viga de descanso; 3 = fiel; 4 = tornillo de calibración; 5 = pesaje del dispositivo del fiel; 6 = botón para hacer funcionar el asta que mueve el dispositivo del fiel; 7 = platillos; 8 = estribos; 9 = cuadrante; 10 = regla del astil donde se mueve el caballero; 11 = asta del sistema que hace mover el dispositivo del fiel.

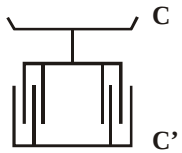
En el centro del astil hay una pequeña asta en forma de rosca en la que se puede mover una tuerca (5) (véase las Figuras 40a y b) que permite desplazar el centro de gravedad y de este modo variar la sensibilidad de la balanza.

Para evitar que la agitación del aire influya en las balanzas analíticas y que sus piezas se oxiden y desgasten, se acostumbra guardarlas en cajas de vidrio. Estas cajas, cuyas paredes son móviles, se deben conservar cerradas cuando se observe la posición de equilibrio de la balanza.

Para evitar que la humedad del aire entre en las cajas, se colocan sustancias higroscópicas: cal virgen, cloruro de calcio fundido, etcétera. Las balanzas analíticas oscilan muy fácilmente y solo después de varias oscilaciones llegan a su posición de equilibrio. Para disminuir estas oscilaciones se colocan amortiguadores (véase la Figura 42).

Por lo general, dichos amortiguadores están compuestos por campanas metálicas (C) suspendidas y móviles dentro de otras campanas (C) fijas y un poco más grandes que las primeras. El aire contenido en estas últimas opone resistencia al movimiento de las primeras y amortigua las oscilaciones de la balanza.

Figura 42



El dispositivo del fiel

Los pesos calibrados muy pequeños no son de fácil manejo debido a sus reducidas dimensiones. Para pesar masas inferiores al miligramo se procede como se describe a continuación.

Las balanzas analíticas llevan, en la parte superior del astil (véase la Figura 40a y b), una regla de tamaño exactamente igual a este y dividida a cada lado del brazo en 10 partes iguales. Cada división está marcada por una hendidura y la numeración se realiza a partir del eje de la balanza. Los pesos calibrados están conformados por hilos de platino (véase la Figura 43), que pesan respectivamente 0,01 gramos y 0,001 gramos, curvados de tal modo que pueden montarse sobre la regla. Estos hilos reciben el nombre de dispositivos del fiel.

Figura 43

Cuando se coloca el caballero de 0,001 gramos (un miligramo) en la división 10 de la regla —es decir, en el extremo del astil—, este hará equilibrio con una masa igual colocada en el platillo del otro brazo. Si el caballero se coloca en la división de la regla, aplicará su peso en un brazo de palanca 10 veces menor que el de la masa que se encuentra en el platillo del otro brazo. De esta manera, el caballero hará equilibrio al peso de 0,1 miligramos. En la división 2, 3, 4, etcétera, de la regla sucede lo mismo; el caballero equilibrará masas iguales a 0,2; 0,3; 0,4 miligramos, respectivamente. El caballero se puede usar sin necesidad de abrir la caja de la balanza mediante un asta móvil colocada en la parte superior de la caja de la balanza (5-11-6, véase la Figura 41).

Balanzas analíticas de un platillo

Hay balanzas analíticas eléctricas de un platillo con las siguientes características (véase la Figura 44):

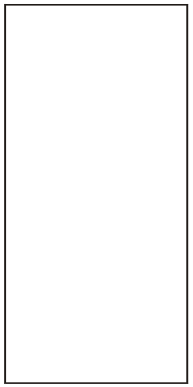
Capacidad: 0 a 160 ó 200 gramos
Precisión: aproximadamente 0,18 miligramos
Voltaje: 110, 130, 155, 220, 240 voltios 50 / 60 ciclos.

Calibración de pesas

Aunque las pesas analíticas se fabrican con un alto grado de precisión, se deben calibrar entre sí con cierta frecuencia para evitar las alteraciones producidas por el uso y el tiempo.

Todas las pesas de una caja deben ser compatibles entre sí; es decir, el peso de un gramo debe ser exactamente dos veces tan pesado como el de 0,5 gramos, cinco veces tan pesado como el de 0,2 gramos, etcétera. Esto es más importante que la precisión absoluta de las pesas tomadas aisladamente.

Figura 44



Como la caja de pesas contiene piezas del mismo peso nominal (por ejemplo, pares de 0,2 gramos o tres pesas de un gramo), ellas se deben distinguir mediante signos como puntos (véase la Figura 45).