



SULFURO EN AGUA POR VOLUMETRIA

TÍTULO: **SULFURO EN AGUA POR VOLUMETRIA**

CÓDIGO: **TP0153**

VERSIÓN: **02**

COPIA N°:

ELABORADO POR:

JOSE GUSTAVO AFANADOR
Tecnólogo

REVISADO Y
ACTUALIZADO POR:

MARIA STELLA GAITAN
Ingeniera de Alimentos

APROBADO POR:

MARTA ELENA DUQUE S.
Coordinadora GLCA

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.



SULFURO EN AGUA POR VOLUMETRIA

1. SUMARIO Y APLICACIONES

Se entienden por sulfuros los compuestos de azufre con número de oxidación – 2.

Algunos sulfuros son solubles en ácido clorhídrico o se descomponen con este como el ZnS, otros son solubles en ácido nítrico y otros son solubles en agua como los sulfuros de los metales alcalinos ej. el Na₂S, los sulfuros ácidos de los metales alcalinoterreos y los polisulfuros.

En el agua los sulfuros disueltos se encuentran en forma de H₂S, HS⁻ o como S⁼ dependiendo del pH.

El sulfuro se encuentra con frecuencia en aguas subterráneas especialmente en aguas termales.

Su presencia en aguas residuales proviene en gran parte de la descomposición de la materia orgánica, algunas veces de desechos industriales. La mayoría proviene de la reducción bacteriana del sulfato. El sulfuro de hidrógeno que pasa al aire desde las aguas residuales que lo contienen, causa problemas de malos olores.

El sulfuro de hidrógeno gaseoso es muy tóxico para los humanos y para la vida acuática, ataca directa e indirectamente a los metales y causa mediante oxidación biológica a H₂SO₄ graves corrosiones en los ductos de cemento

1.1. CATEGORIAS DE SULFURO

SULFURO TOTAL. Incluye H₂S Y HS⁻ disuelto, así como sulfuros metálicos solubles en ácido, presentes en la materia en suspensión. El S⁼ es despreciable y supone menos del 0.5% a pH 12, a menos de 0.05% a pH 11, etc. los sulfuros de cobre y plata son tan insolubles que no responden a las determinaciones ordinarias del sulfuro; pueden ignorarse para efectos Prácticos

SULFURO DISUELTO. Es el que permanece después de haber eliminado los sólidos suspendidos e interferencias.

SULFURO DE HIDROGENO NO IONIZADO. Se calcula a partir de la concentración de sulfuro disuelto, el pH de la muestra y la constante de ionización.

NOTA. La metodología expuesta a continuación corresponde al análisis de SULFURO DISUELTO(1.3.2).



SULFURO EN AGUA POR VOLUMETRIA

2. FUNDAMENTO DEL METODO.

El yodo oxida al sulfuro en medio ácido. Una titulación basada en esta reacción es un método confiable para la determinación de sulfuros en concentraciones por encima de 1 mg/L.



El método es aplicable para el análisis de aguas residuales domésticas e industriales, aguas subterráneas y superficiales una vez que se eliminan las sustancias interferentes.

3. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS.

Las interferencias en la determinación de sulfuros mediante el método Yodimétrico son causadas por sustancias reductoras que reaccionan con el yodo tales como el tiosulfato, sulfito y varios compuestos orgánicos.

Las interferencias debidas a estos iones se eliminan primero precipitando el sulfuro como ZnS mediante la adición de acetato de zinc al recipiente donde se toma la muestra, segundo removiendo el sobrenadante y reemplazándolo por agua destilada. El mismo procedimiento se realiza cuando se desea concentrar el sulfuro.

4. APARATOS Y MATERIALES

Frascos de vidrio de 250 o 350 mL con tapa para la toma de muestras.

Microbureta de 5.00 mL

Erlenmeyers de 100,250 y 500mL.

Embudos de vidrio grandes con vástago grueso.

papel filtro

Pipetas aforadas clase A de: 2,3,5,10,20,25,50 y 100 mL

Vasos de precipitados de 100,200 y500 mL

Pipeteador automático

Agitadores de vidrio

Balones de 200,500 y 1000 mL clase A.

5. REACTIVOS

Acido clorhídrico 6N. Para preparar un litro de solución, tome 500 mL de ácido clorhídrico concentrado(del 36 – 37 %) y agréguelos lentamente a 500 mL de agua desionizada , con un agitador de vidrio agite lentamente mientras agrega todo el ácido.



SULFURO EN AGUA POR VOLUMETRIA

Suspensión indicadora de almidón: Para preparar 100 mL de solución: Disuelva 2.0 g de almidón y 0.2g de ácido salicílico (como preservante) en 100ml de agua desionizada caliente.

Solución estándar de tiosulfato de sodio 0.025N: Disuelva 6.205g de tiosulfato de sodio pentahidratado Reactivo analítico en 200 mL de agua UP (Se puede también agua destilada), agregue 1.5 mL de NaOH 6N o 0.4g de NaOH sólido, transfiera cuantitativamente a un balón clase A de 1000mL, complete a volumen hasta la línea de aforo y estandarise la solución con biyodato de potasio 0.0021 Molar utilizando suspensión de almidón como indicador.

Solución estándar de yodo 0.0250N: Disuelva entre 20.0 y 25.0 g de yoduro de potasio en un vaso de precipitados de 500 mL que contenga 300 mL de agua, agregue 3.2 g de yodo sublimado. Una vez disuelto el yodo, transfiera cuantitativamente a un balón aforado clase A de 1litro, agite, complete a volumen y estandarice la solución con tiosulfato de sodio 0.025 N, utilice suspensión de almidón como indicador.

NOTAS: Estandarice las soluciones de yodo con cierta frecuencia debido a su inestabilidad. Una vez preparada y estandarizada la solución, consérvela en un frasco OSCURO y bien tapado.

Solución de acetato de cinc 2N: Disuelva 220 g de acetato de cinc $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ en 800 mL de agua desionizada, trasvase cuantitativamente a un balón aforado clase A de 1000 mL y complete a volumen hasta la línea de aforo.

Hidróxido de Sodio 6N: Disuelva 240 g de NaOH en 900 mL de agua desionizada, deje enfriar la solución y luego trasvásela cuantitativamente a un balón aforado clase A de 1000 mL y complete a volumen, para preparar esta solución trabaje en la vitrina de extracción y con un baño frío pues la disolución de la soda en agua desprende calor. Utilice implementos de seguridad.

Solución de biyodato estándar: 0.0021 Molar. Disuelva 812.4 mg de $KH(IO_3)_2$ en agua destilada y diluya a 1000 mL en balón aforado clase A. Con esta solución valore la concentración real del tiosulfato de sodio de la siguiente manera:

En un Erlenmeyer de 250 mL disuelva aproximadamente 2 g de Yoduro de Potasio (KI) libre de yodato en 100 mL de agua destilada, agregue 1mL de H_2SO_4 6N o unas pocas gotas de H_2SO_4 concentrado y 20.0mL de solución estándar de biyodato. Diluya a 150 mL y titule con tiosulfato de sodio el yodo liberado, agregue indicador de almidón cerca al punto final de la titulación es decir cuando observe un amarillo pálido. Cuando las soluciones son



SULFURO EN AGUA POR VOLUMETRIA

equimolares, se requieren 20.0 mL de la solución de tiosulfato de sodio 0.025N, de lo contrario determine la concentración de este según los mL de Tiosulfato de Sodio gastados para la titulación.

NOTA. Si desea tomar una alícuota menor de solución de Yodato de potasio por ejemplo 5 mL hágalo pero solamente adicione 0.5 g de Yoduro de Potasio, 4 gotas de ácido Sulfúrico, utilice una microbureta de alta resolución y titule como en el caso anterior.

6. ASPECTOS DE SEGURIDAD

Durante la preparación de reactivos utilice SIEMPRE los implementos de seguridad, las cabina de extracción de vapores orgánicos.

6.2 USE: guantes de nitrilo, gafas de seguridad y mascarilla de seguridad con cartucho para solventes orgánicos, blusa de laboratorio larga, pantalón y zapatos adecuados.

7. LAVADO DEL MATERIAL. Use botellas de vidrio de 250 y 350 mL para la toma de muestras previamente lavadas con suficiente jabón siguiendo los pasos indicados en el protocolo de lavado de material. TP 0125, no use ningún tipo de solución ácida para el lavado del material donde se toman las muestras ni para el material donde realice los análisis.

8. PROCEDIMIENTO

8.1. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LAS MUESTRA

Tome las muestras evitando su aireación, analícelas inmediatamente después del muestreo o presérvelas para su posterior análisis. Para la determinación de sulfuro disuelto de una muestra de 250 mL, agregue previamente al recipiente ocho gotas de solución de acetato de zinc 2N y 4 gotas de Hidróxido de Sodio 6N. Si la concentración de sulfuro esperada es superior a 64 mg/L y el volumen de muestra es mayor a 250 mL, usar mayor volumen de solución de acetato de zinc.

El pH final debe ser como mínimo de 9.0 unidades, si el pH no alcanza este valor agregue unas gotas más de hidróxido de sodio, llene las botellas completamente y tápelas sin dejar burbujas de aire, agite vigorosamente para formar el precipitado de sulfuro de zinc, deje decantar para posterior análisis en el laboratorio.



SULFURO EN AGUA POR VOLUMETRIA

PARA MUESTRAS QUE NO HAN SIDO PRESERVADAS CON ACETATO DE ZINC

Mida con micro bureta una cantidad de solución de yodo estimada a ser superior a la cantidad de sulfuro presente en la muestra y transfiera a un Erlenmeyer de 500 mL. Agregue 2 mL de ácido clorhídrico 6N. Adicione la muestra al Erlenmeyer, si el color del yodo desaparece, adicione mas yodo hasta que el color permanezca. Titule por retroceso con solución de tiosulfato de sodio 0.025 N, cuando la muestra tome un color amarillo claro agregue unas gotas de suspensión indicadora de almidón continúe la titulación hasta que el color azul desaparezca.

PARA MUESTRAS QUE HAN SIDO PRESERVADAS CON ACETATO DE ZINC.

Si el sulfuro se precipita como sulfuro de zinc, elimine el sobrenadante y filtre el precipitado, lleve el filtro junto con el precipitado a un erlenmeyer de 250 mL, agregue aproximadamente 150 mL de agua desionizada y adicione solución de yodo en exceso y 2 mL de ácido clorhídrico 6N y titule por retroceso como en el caso anterior.

RESULTADOS

Los resultados se reportan en **mg S²⁻ / L** así:

$$\text{mg S}^{2-} / \text{L} = \frac{((A*B) - (C*D)) * 16000}{\text{mL Muestra}}$$

Donde : A = mL de solución de Yodo,

B = Normalidad de la solución de Yodo,

C = mL de solución de Tiosulfato de Sodio gastados en la titulación, y

D = Normalidad de la solución de Tiosulfato de Sodio

BIBLIOGRAFIA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works, Water Pollution Control Federation. 19 ed ., New York, 1995. PP 4-122---4-127.
- Protocolo de Estandarización de Métodos Analíticos. Coy Gustavo Alfonso. 1999.