

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2341-86**

**AGUA POTABLE.
DETERMINACION DE SILICE.
METODO MOLIBDOSILICATO.**



TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS

PRESIDENTE: Dr. GUSTAVO TORO ALAYON

SECRETARIA: Ing. MILAGROS DIAZ

SUBCOMITE: CT10/SC15 AGUA POTABLE

COORDINADORA: Ing. MILAGROS DIAZ

ENTIDAD

REPRESENTANTES

MINISTERIO DE SANIDAD Y
ASISTENCIA SOCIAL

Gustavo Toro Alayón

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

María Victoria Afanador
Milagros Polanco

LABROQUIM S.R.L.

José Marquina

AGUA MINERAL LOS ALPES, TREVI,
APESA, SANTA CLARA, ROYAL, ZENDA

Rubén Villasana

UNIVERSIDAD SIMON RODRIGUEZ

Omaira Rivero

INOS

Ninoska Castillo

AGUA MINERAL QUENEPE

Luis Betancourt

AMAVENCA

Mary Taramona

TECNICO INDEPENDIENTE

José Luis Domínguez

AGUA LA ROCA

Germán Bello

AGUA MINERAL EL CASTAÑO

Milvia Urbina

FUNDACION CIEPE

Leonor Robles

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

FACULTAD DE AGRONOMIA

José Cegarra

FACULTAD DE CIENCIAS VETERINARIAS

Trina Vargas

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRIA

DIRECCION DE DESARROLLO GANADERO

Franklin Chirinos

STATUTE

ASOCIACION AMERICANA DE SOYA

José Félix Chávez

DISCUSION PUBLICA

FECHA DE ENVIO: 21-05-85

DURACION: 45 Días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 07-11-85

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 18-02-86

NORMA VENEZOLANA
AGUA POTABLE

COVENIN
2341-86

DETERMINACION DE SILICE
METODO MOLIBDOSILICATO

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 10:XIII-010 Agua potable. Método para la toma de muestras.

2 OBJETO

2.1 Esta norma contempla la determinación de sílice en aguas potables relativamente puras, por el método molibdosilicato.

2.2 Este método permite detectar concentraciones entre 1,0 y 25 mg/l de sílice (SiO_2). Si el contenido de sílice en la muestra es mayor, deberán hacerse diluciones estándar.

3 PRINCIPIO Y RESUMEN DEL ENSAYO

Este método se basa en que el molibdato de amonio en solución ácida (pH 1,2) forma isopoliácidos que reaccionan con los silicatos presentes para producir heteropoliácidos de color amarillo. Estas soluciones coloreadas son de una intensidad proporcional a la cantidad de sílice presente. La determinación se hace a una longitud de onda de 410 nm. El color tiene poca estabilidad, por lo cual debe prestarse mucha atención al factor tiempo.

4 EQUIPO

4.1 EQUIPO COLORIMETRICO

Se requiere uno de los siguientes:

4.1.1 Espectrofotómetro, para usarlo a 410 nm, provisto de un paso de luz de 1 cm o mayor.

4.1.2 Fotómetro con filtro, equipado con un filtro de color violeta, que tenga su máxima transmitancia cercana a 410 nm, provisto de un paso de luz de 1 cm o mayor.

4.1.3 Tubos de Nessler de 50 ml, de forma alta.

4.2 CAPSULAS DE PLATINO O PORCELANA, de 100 ml.

5 REACTIVOS

Todos los reactivos deberán ser de grado analítico y las soluciones deberán prepararse con agua destilada, deionizada, libre de metales, con una conductancia específica entre 0,5 a 5 micromhos - cm máximo.

Para obtener mejores resultados, deben utilizarse reactivos con bajo contenido de sílice y guardarse en botellas de plástico.

5.1 ACIDO CLORHIDRICO, HCl, (d = 1,18).

5.2 ACIDO SULFURICO, H_2SO_4 , (d = 1,84).

5.3 BICARBONATO DE SODIO, $NaHCO_3$, en polvo, (0,005% SiO_2) máx.

5.4 MOLIBDATO DE AMONIO, TETRAHIDRATADO, $(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} \cdot 4 H_2O$.

5.5 HIDROXIDO DE SODIO, NaOH (máx. SiO_2 0,0005%).

5.6 ACIDO OXALICO DIHIDRATADO, $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$.

5.7 METASILICATO DE SODIO NONAHIDRATADO, $Na_2SiO_3 \cdot 9 H_2O$.

5.8 CROMATO DE POTASIO, K_2CrO_4 .

5.9 BORATO DE SODIO DECAHIDRATADO, $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$.

5.10 SOLUCION DE ACIDO SULFURICO 1N.

5.11 SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO (1 + 1). Esta solución se prepara con partes iguales de ácido y agua destilada.

5.12 SOLUCION DE MOLIBDATO DE AMONIO. Se disuelven 10 g de molibdato de amonio en agua destilada, se agita y se calienta ligeramente. Se diluye a 100 ml. Se filtra si es necesario. Se ajusta a pH 7-8 con hidróxido de sodio y se guarda en frasco de polietileno. Si el pH no se ajusta, se forma gradualmente un precipitado. Si la solución se guarda en frasco de vidrio el valor del testigo dará resultados altos de sílice.

5.13 SOLUCION DE ACIDO OXALICO. Se disuelven 10 g de ácido oxálico en agua destilada y se diluye a 100 ml.

5.14 SOLUCION DE RESERVA DE SILICE. Se disuelven 4,73 g de metasilicato de sodio en agua destilada, previamente hervida y a temperatura ambiente. Se transfiere a un matraz aforado de un litro, se agrega agua destilada y hervida hasta completar 900 ml aproximadamente. Se determina el contenido de sílice en una porción de esta solución y de un patrón (1ml=1mg SiO₂), por absorción atómica y se ajusta el volumen con agua destilada para que 1,00ml=100mg SiO₂.

5.15 SOLUCION PATRON DE SILICE. Se mide con pipeta volumétrica 10,0 ml de solución de reserva de sílice, se transfiere a un matraz aforado de 1000,0 ml y se completa hasta el aforo con agua destilada recién hervida y enfriada (1,00 ml = 10,0 μg SiO₂).

5.16 SOLUCION DE CROMATO DE POTASIO. Se disuelven 630 mg de cromato de potasio en agua destilada; se transfiere a un matraz aforado de un litro y se completa hasta el aforo con agua destilada.

5.17 SOLUCION DE BORAX. Se disuelven 10 g de borato de sodio decahidratado en agua destilada; se transfiere a un matraz aforado de un litro y se completa con agua destilada.

6 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

Las muestras deben almacenarse en botellas de polietileno u otro plástico, en especial si el análisis no se va a realizar de inmediato. Las botellas de vidrio borosilicato son las menos deseables.

7 CONDICIONES DE ENSAYO

7.1 INTERFERENCIAS

7.1.1 En lo posible, debe reducirse el uso de material de vidrio y utilizarse reactivos con bajo contenido de sílice.

7.1.2 En la determinación, interfieren taninos, grandes cantidades de hierro, sulfuros, fosfatos, color y turbiedad. El tratamiento de la muestra con ácido oxálico elimina la interferencia de fosfato y disminuye la del tanino.

7.1.3 La interferencia por sulfuros se elimina acidulando con ácido clorhídrico y llevando a ebullición. La interferencia producida por color y turbiedad, se evita haciendo una compensación fotométrica. La presencia de sílice en los reactivos puede compensarse con un blanco.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 DIGESTION CON BICARBONATO DE SODIO

Tiene por objeto convertir toda la sílice a la forma o estado que reaccione con el molibdato.

8.1.1 Se prepara una porción clara de la muestra por filtración si es necesario. Se pasan 50 ml, o una porción menor diluida a 50 ml a una cápsula de platino de 100 ml.

8.1.2 Se agregan 200 mg de bicarbonato de sodio y se digiere en un baño maría por 1 h.

8.1.3 Se enfría, se agrega lentamente y con agitación 2,4 ml de solución de ácido sulfúrico 1 N. Inmediatamente se transfiere cuantitativamente el contenido de la cápsula a un tubo Nessler de 50 ml de forma alta y se diluye hasta el aforo con agua destilada.

NOTA: Aunque se vaya a utilizar para la medición del color una celda de espectrofotómetro, es mejor utilizar en este caso el tubo Nessler para mezclar mejor.

8.2 DESARROLLO DEL COLOR

8.2.1 Se agrega en rápida sucesión al tubo de Nessler 1,0 ml de solución de ácido clorhídrico (1 + 1) y 2,0 ml de la solución de molibdato de amonio.

8.2.2 Se mezcla por inversión de los tubos cuando menos seis veces. Se deja reposar de 5 a 10 minutos.

8.2.3 Se agregan 2,0 ml de la solución de ácido oxálico y se mezcla bien.

8.2.4 Se lee el color después de 2 minutos y antes de 15 minutos, contados a partir del momento que se le agregue el ácido oxálico. Se hace la comparación visual o fotométricamente (8.4 y 8.5).

8.3 PRETRATAMIENTO DE LOS PATRONES

8.3.1 Se prepara una serie de patrones de 0-100-150-200-250-300-350-400-450 y 500 μg de sílice (SiO_2) transfiriendo con pipeta 0-10,0-15,0-20,0-25,0-30,0-35,0-40,0-45,0 y 50,0 ml de la solución patrón ($1,00 \text{ ml} = 10,0 \mu\text{g SiO}_2$) a tubos Nessler de 50 ml de forma alta. Se diluye hasta el aforo y se mezcla bien.

8.3.2 Se agrega a cada tubo Nessler 200 mg de bicarbonato de sodio. Se mezcla.

8.3.3 Se agrega a cada tubo Nessler 2,4 ml de solución de ácido sulfúrico 1 N. Se mezcla.

8.3.4 Se continúa con el procedimiento indicado para "Desarrollo del Color" (8.2).

8.4 MEDICION FOTOMETRICA

8.4.1 Se coloca el instrumento a 100% de transmitancia (cero absorbancia) con agua destilada y se leen los valores de los patrones, incluyendo el blanco de reactivos.

8.4.2 Se lleva a un gráfico los microgramos de sílice y las lecturas del fotómetro para obtener la Curva de Calibración (ver Tabla 1).

8.4.3 Como rutina debe correrse con cada grupo de muestras un blanco de reactivos y un patrón para verificar que la curva de calibración es verdadera.

TABLA 1. Paso de luz para varias concentraciones de sílice

Paso de luz cm	Intervalo de SiO ₂ μg
1	200 - 1300
2	100 - 700
5	40 - 250
10	20 - 130

8.5 COMPARACION VISUAL

8.5.1 Se prepara una serie de patrones permanentes con las soluciones de cromato de potasio y bórax como se indica en la tabla 2. Se utilizan tubos Nessler de 50 ml de forma alta, se rotulan y se tapan bien.

8.5.2 Se comparan los colores de estos patrones con los colores de patrones preparados con la solución patrón de sílice (1,00 ml = 10,0 μg). no deben utilizarse los patrones permanentes para calibrar fotómetros.

8.5.3 Para determinar el contenido de sílice de las muestras, se sigue el procedimiento indicado en "Desarrollo del Color" (8.2) y se comparan los colores con los patrones permanentes.

TABLA 2 Preparación de los patrones permanentes para sílice. Comparación visual en tubos Nessler, 50 ml f. alta

SiO ₂ mg	Sol. Cron. de potasio ml	Sol. Borax ml	Agua destilada ml
0,00	0,0	25	30
0,10	1,0	25	29
0,20	2,0	25	28
0,40	4,0	25	26
0,50	5,0	25	25
0,75	7,5	25	22
1,0	10,0	25	20

9 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de sílice en la muestra se expresa en miligramos por litro y se calcula mediante la siguiente expresión:

9.1 METODO DE MEDICION FOTOMETRICA

$$\text{mg/l SiO}_2 = \frac{\mu\text{g SiO}_2}{\text{ml de muestra}}$$

9.2 METODO POR COMPARACION VISUAL

$$\text{mg/l SiO}_2 = \frac{\text{mg SiO}_2 \times 1000}{\text{ml muestra}}$$

10 INFORME

10.1 El informe del ensayo deberá indicar como mínimo la siguiente información:

- 10.1.1 Ensayo realizado según la presente norma.
- 10.1.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo.
- 10.1.3 Identificación de la muestra.
- 10.1.4 Resultados del ensayo.
- 10.1.5 Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

APHA - AWWA - WPCF. 1980. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. American Water Works Association. Water Pollution Control Federation. 15th Edition, Washington DC.

COVENIN
2341-86

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Tel. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12

CARACAS

publicación de:



CDU 628.1:543.3

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

ISBN 980-6019-75-X
