

---

**Norma Venezolana COVENIN**



2382-86

---

---

**Agua. Determinación de manganeso. Método del persulfato**

C. D.U. 628. I: 543. 3: 546

ISBN 980-06-0040-X

---

TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS  
PRESIDENTE: DR. GUSTAVO TORO ALAYON  
SECRETARIA: LIC. NORMA ARIAS  
SUBCOMITE: CT10/SC15 AGUA POTABLE  
COORDINADORA: LIC. OMAIRA GUAITA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

MINISTERIO DE SANIDAD  
Y ASISTENCIA SOCIAL

GUSTAVO TORO ALAYON

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

MARIA VICTORIA AFANADOR

LABROQUIM S.R.L.

JOSE MARQUINA

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

JOSE MARQUINA

UNIVERSIDAD SIMON RODRIGUEZ

OMAIRA RIVERO

INSTITUTO NACIONAL DE  
OBRAS SANITARIAS

NINOSKA CASTILLO

AGUA MINERAL QUENEPE

LUIS BETANCOURT

AMAVENCA

MARYA TARAMONA

TECNICO INDEPENDIENTE

JOSE LUIS DOMINGUEZ

AGUA MINERAL LA ROCA

GERMAN BELLO  
GILBERTO ROJAS

AGUA MINERAL EL CASTAÑO

MILVIA URBINA

AGUA MINERAL ZENDA

ALEXIA TORRES DE RAMIREZ

EMBOTELLADORA CRISTAL

ANDREINA CASTRO

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

FACULTAD DE FARMACIA

FANNY PADILLA

FACULTAD DE CIENCIAS VETERINARIAS

ASOCIACION AMERICANA DE SOYA

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA  
DE ALIMENTOS (CAVIDEA)

INDUSTRIA LACTEA VENEZOLANA  
(INDULAC)

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

FUNDACION CIEPE

TRINA VARGAS

JOSE FELIX CHAVEZ

GLADYS DE ANDERSON

MANUEL COLS PAEZ

GLADYS MENDEZ

JOSE LUIS VIDAURRETA

LEONOR ROBLES

DISCUSION PUBLICA

Fecha de envio: 11-04-85

Duración: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 08-05-86

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 12-08-86

NORMA VENEZOLANA  
AGUA  
DETERMINACION DE MANGANESO  
METODO DEL PERSULFATO

COVENIN  
2382-86

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 manganeso en aguas naturales y potables por el método del persulfato.

2.2 Este método permite detectar una concentración mínima de  $30 \mu\text{g}$  de manganeso cuando se utiliza una celda de absorción con paso de luz de 1 cm o de  $5 \mu\text{g}$  de manganeso cuando se utilice una celda de 5 cm. Si el volumen de muestra es de 100 ml, los valores correspondientes serán 300 y  $500 \mu\text{g}/\text{l}$  respectivamente.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

3.1 La oxidación con persulfato de los compuestos manganesos solubles para formar permanganato, se efectúa en presencia de nitrato de plata. El color resultante es estable por lo menos durante 24 h si hay persulfato presente en exceso y si la materia orgánica está ausente.

4 EQUIPO

4.1 EQUIPO COLORIMETRICO

Se requiere uno de los siguientes:

4.1.1 Espectrofotómetro, para ser utilizado a 525 nm provisto de un paso de luz de 1 cm o mayor.

4.1.2 Fotómetro con Filtro, equipado con un filtro verde que tenga una transmitancia máxima a 525 nm y provisto para dar un paso de luz de 1 cm o mayor.

4.1.3 Tubos Nessler, de igual color (pareados) de forma alta, 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.

5.1 SULFATO MERCURICO,  $\text{HgSO}_4$ .

5.2 ACIDO NITRICO,  $\text{HNO}_3$ , concentrado ( $d=1,41$ ).

5.3 ACIDO FOSFORICO al 85%,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ .

5.4 NITRATO DE PLATA,  $\text{AgNO}_3$ .

5.5 PERSULFATO DE AMONIO,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , sólido.

5.6 PERMANGANATO DE POTASIO,  $\text{KMnO}_4$ .

5.7 OXALATO DE SODIO, patrón Primario,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

5.8 ACIDO SULFURICO,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , concentrado ( $d=1,83$ ).

5.9 NITRITO DE SODIO,  $\text{NaNO}_2$ .

5.10 BISULFITO DE SODIO,  $\text{NaHSO}_3$ .

5.11 PEROXIDO DE HIDROGENO al 30%,  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

5.12 SOLUCION DE ACIDO SULFURICO ( 1 + 1 ).

5.13 REACTIVO ESPECIAL

Se disuelven 75 g de sulfato mercurico en 400 ml de ácido nítrico concentrado y 200 ml de agua destilada. Se agregan 200 ml de ácido fosfórico y 35 mg de nitrato de plata. Se diluye la solución ya fría a 1 l.

5.14 SOLUCION VALORADA DE MANGANESO

Se prepara una solución de permanganato de potasio 0,1 N disolviendo 3,2 g de permanganato de potasio en agua destilada y completando a 1 l. Se añeja durante varias semanas dejándola expuesta a la luz solar o bien al calor durante varias horas, manteniéndola cerca del punto de ebullición; luego se filtra a través de un crisol con filtro de poro fino, y se valora contra la solución de oxalato de sodio de acuerdo al procedimiento siguiente:

5.14.1 Se pesan varias muestras de oxalato de sodio de 100 a 200 mg, llevando la pesada hasta 0,1 mg y se transfiere cada pesada a vasos de precipitado de 400 ml. A cada vaso de precipitado se agrega 100 ml de agua destilada y se mezcla para disolver. Se agregan 10 ml de solución de ácido sulfúrico (1 + 1) y se calienta rápidamente con la solución de permanganato de potasio que se va a valorar, mezclando constantemente hasta lograr el color del punto final que es un rosado leve que persiste durante 1 minuto por lo menos. No debe permitirse que la temperatura descienda de los  $85^\circ\text{C}$ . Si es necesario, se calienta suavemente el vaso de precipitado durante la titulación; 100 mg de oxalato de sodio consumirán

aproximadamente 15 ml de la solución de permanganato. Debe correrse un blanco con agua destilada y el ácido sulfúrico.

$$\text{Normalidad del Permanganato de potasio} = \frac{\text{g Oxalato de Sodio}}{(A - B) \times 0,06701}$$

Donde:

A = ml del titulante para la muestra.

B = ml del titulante para el blanco.

Se promedian los resultados de las diversas titulaciones. Se calcula el volumen necesario de esta solución para preparar 1 l de la solución tal que 1,00 ml = 50,0  $\mu$ g Mn, de la manera siguiente:

$$\text{ml Permanganato de Potasio} = \frac{4,55}{\text{Normalidad del Permanganato}}$$

A este volumen se le agrega de 2 a 3 ml de ácido sulfúrico concentrado y solución de bisulfito de sodio gota a gota, con mezcla, hasta la desaparición del color del permanganato. Se hierve para expulsar el dióxido de azufre en exceso, se enfría y se diluye a 1000 ml con agua destilada. Para medir pequeñas cantidades de manganeso se puede diluir aún más esta solución.

#### 5.15 SOLUCION DE NITRITO DE SODIO

Se disuelve 5,0 g de nitrito de sodio en 95 ml de agua destilada.

#### 5.16 SOLUCION DE BISULFITO DE SODIO

Se disuelve 10 g de bisulfito de sodio en 100 ml de agua destilada.

## 6 CONDICIONES DE ENSAYO

### 6.1 INTERFERENCIAS

6.1.1 Se pueden evitar las interferencias hasta 0,1 g de cloruros en 50 ml de muestra con la adición de 1 g de sulfato mercurico para formar así complejos ligeramente disociados. El bromo y el yodo solo pueden estar presentes en trazas. El procedimiento con el persulfato puede ser utilizado en aguas potables con materia orgánica presente en pequeñas cantidades o trazas solo si se aumenta el periodo de calentamiento luego de añadir más persulfato.

6.1.2 Las trazas interferentes de cloruros se eliminan con el sulfato del reactivo especial. Las muestras que hayan sido expuestas al aire pueden dar resultados bajos debido a la precipitación del dióxido de manganeso. Se agrega 1 gota de peróxido de hidrógeno (al 30%) a la muestra, después de haber añadido el reactivo especial para redissolver el manganeso precipitado.

## 6.2 CAPTACION DE LA MUESTRA

6.2.1 El manganeso puede estar en forma soluble en muestras recién captadas de aguas neutras, pero se oxida fácilmente a estados más elevados de oxidación para así precipitar o bien ser absorbido por las paredes del recipiente. La determinación del manganeso debe hacerse lo mas pronto posible una vez captada la muestra. Cuando no se pueda evitar una demora, se puede determinar el manganeso total si se acidifica la muestra en el momento de la captación, utilizando ácido nítrico para llevarla a un pH igual o menor a 2.

## 7 PROCEDIMIENTO

### 7.1 TRATAMIENTO DE LA MUESTRA

7.1.1 Si hay cloruros en exceso, se sigue el procedimiento señalado en 6.1.1. Con una pipeta se toma una porción de muestra que contenga de 0,05 a 2,0 mg de manganeso y se transfiere a un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Se le agrega agua destilada, si es necesario, hasta llevar el volumen a 90 ml y se procede como se indica en 7.1.2.

7.1.2 A una porción apropiada de la muestra se agregan 5 ml del reactivo especial y 1 gota de peróxido de hidrógeno. Se concentra por hervor a 90ml o se diluye a 90 ml según sea el caso. Se agrega 1 g de persulfato de amonio, se lleva a ebullición y se hierve durante 1 minuto. No debe calentarse en baño de María. Se quita el Erlenmeyer de la fuente de calor, se deja reposar durante 1 minuto y luego se enfría utilizando un chorro de agua del grifo. (Si se hierve durante mucho tiempo resultará una descomposición del persulfato en exceso y habrá una pérdida subsecuente del color del permanganato. Si se enfría muy lentamente también se producirá el mismo efecto). Se diluye a 100 ml con agua destilada exenta de sustancias reductoras y se mezcla. Se preparan patrones que contengan 0 - 5,00 ..... 1500  $\mu\text{g}$  Mn al tratar diferentes volúmenes de la solución valorada de manganeso siguiendo el mismo procedimiento de la muestra.

### 7.2 COMPARACION DE LOS TUBOS NESSLER

Se utilizan patrones preparados siguiendo el procedimiento del párrafo 7.1.2, que contengan de 5 a 100  $\mu\text{g}$  Mn (en 100 ml de volumen final). Se comparan visualmente los patrones y las muestras.

### 7.3 DETERMINACION FOTOMETRICA

7.3.1 Se utiliza una serie de patrones con concentraciones desde 0 hasta 1500  $\mu\text{g}$  Mn. Se hacen mediciones fotométricas contra un blanco de agua destilada. La siguiente tabla dá las longitudes del paso de luz apropiado para varias concentraciones de manganeso (en 100 ml de volumen final).

INTERVALO DE CONCENTRACIONES DE Mn	PASO DE LUZ
$\mu\text{g}$	cm
5 - 200	15
20 - 400	5
50 - 1000	2
100 - 1500	1

7.3.2 Se prepara una curva de calibración graficando la concentración de manganeso contra la absorción leída para los patrones; se determina el manganeso en la muestra a partir de esta curva. Si hay turbiedad presente o color interferente, se hacen las correcciones de acuerdo al párrafo siguiente.

7.4 CORRECCION PARA COLOR INTERFERENTE O TURBIEDAD

7.4.1 Debe evitarse la filtración debido a la posible retención de permanganato en el papel filtrante. Si se utiliza la comparación visual sólo se podrá estimar el efecto de la turbiedad y no se podrá hacer corrección por los iones coloreados interferentes.

7.4.2 Cuando se haga la medición fotométrica, debe utilizarse el siguiente método "blanqueador", que también aporta corrección para el color interferente. Tan pronto como se haya hecho la lectura fotométrica, se agrega 0,05 ml de peróxido de hidrógeno a la muestra contenida en la celda de absorción, se mezcla y se hace una nueva lectura después que el color del permanganato haya desaparecido completamente y no haya burbujas. Se resta la absorbancia de la solución "blanqueada" de la absorbancia inicial para así obtener la absorbancia debida al manganeso.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El contenido de manganeso en la muestra se expresa en miligramos por litro y se calcula mediante la siguiente expresión (cuando se tome la muestra original para el análisis).

$$\text{mg/l Mn} = \frac{\mu\text{g Mn}}{\text{ml muestra}}$$



El informe deberá indicar como mínimo la siguiente información:

- 1.- Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 2382.
- 2.- Fecha en la cual se realizó el ensayo.
- 3.- Identificación de la muestra.
- 4.- Resultados del ensayo.
- 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. 15 th Edition - Washington D.C. Sección 319 B.

EXPLICACION DE LOS RESULTADOS

El contenido de amoníaco en la muestra se expresa en miligramos por litro y se calcula mediante la siguiente expresión (cuando se tome la muestra en litros para el análisis).



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Comùn Piso II

CARACAS

**publicación de:**



**FONDONORMA**

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN