



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-AA-031-1976

DETERMINACION DE AZUFRE EN DESECHOS SOLIDOS

METHOD OF TEST FOR SULPHUR OF SOLID WASTES

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma, participaron los organismos e instituciones siguientes:

- Secretaría de Salubridad y Asistencia.- Consejo Técnico de la Secretaría de Mejoramiento del Ambiente.
- Departamento del Distrito Federal.- Planta Industrializadora de Desechos Sólidos.
- Secretaría de Agricultura y Ganadería.- Instituto de Investigaciones Forestales.
- Guanos y Fertilizantes de México, Subgerencia de Investigación.
- Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.- Unidad de Normalización Básica y Control de Calidad.
- Instituto Mexicano del Petróleo.
- Secretaria de Recursos Hidráulicos.- Centro de Investigación y Entrenamiento para Control de la Calidad del Agua.

DETERMINACION DE AZUFRE EN DESECHOS SOLIDOS

METHOD OF TEST FOR SULPHUR OF SOLID WASTES

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

La presente Norma establece el método para la determinación de azufre transformado en ácido sulfúrico durante la combustión de desechos sólidos en el interior de una bomba calorimétrica, para fin de corrección.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la Norma Mexicana

“Determinación del Poder Calorífico en Desechos Sólidos” NMX-AA-033-1975

3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada.

- Solución de cloruro de bario ($\text{Ba Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), al 10%
- Solución de nitrato de plata (AgNO_3) al 1%
- Solución de ácido clorhídrico (HCl), 1:5

3.2. Materiales

- Papel filtro Whatman No. 40 o similar, de 11 cm de diámetro.
- Asbesto para filtración.

4 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g
- Estufa con regulador de temperatura, capaz de alcanzar 100°C
- Mufla con regulador de temperatura capaz de alcanzar 800°C
- Baño de agua con regulador de temperatura

- Parrilla eléctrica
- Embudo de tallo corto, de 12 cm de diámetro
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml de capacidad
- Crisol de porcelana.
- Crisol Gooch.
- Desecador con deshidratante adecuado.
- Equipo usual de laboratorio.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Para esta determinación, la muestra es la solución procedente del lavado de la bomba calorimétrica, después de haber titulado con la solución de carbonato de sodio 0.0725 N, según se indica en la Norma Mexicana "Determinación del Poder Calorífico en Desechos Sólidos". NMX-AA-033 en vigor.

5.2 Se agregan 10 ml de ácido clorhídrico 1:5 (la concentración no debe exceder de 0.1N. Ver 8.1.1.). Se calienta dicha solución hasta ebullición y se añade con pipeta, la solución de cloruro de bario, gota a gota agitando suavemente durante la adición. Se añade un exceso de 20% sobre el contenido de azufre estimado.- Digerir calentando a ebullición en el baño de agua durante una hora.

Se retira el vaso del baño al cabo de ese tiempo y se deja enfriar.
Un ml de solución de cloruro de bario al 10% equivale a 0.014 g de azufre.

5.3 El líquido sobrenadante se filtra mediante papel filtro Whatman No. 40 o similar, el precipitado se lava con agua caliente hasta que 10 ml del líquido de lavado no dé precipitado con 0.5 ml de solución de nitrato de plata al 1%.

5.4 El crisol con precipitado se seca en la estufa a 60 - 80°C y se calcina en mufla a 700 - 800°C (Ver 8.1.2.). Se deja enfriar en el desecador y se pesa. La diferencia en peso con respecto al crisol vacío, corresponde al sulfato de bario.

6 CALCULOS

El porcentaje de azufre, se calcula con la siguiente fórmula:

$$S\% = \frac{G_1 \times 0.1374}{G} \times 100$$

En donde:

S = Contenido de azufre, en %

G₁= Masa del sulfato de bario, en g

G= Masa de la muestra inicial empleada en la prueba del poder calorífico, en g.

0.1374 = Factor gravimétrico (Fg) del sulfato de bario a azufre

$$Fg = \frac{\text{Peso atómico del azufre}}{\text{Peso molecular del sulfato de bario}}$$

$$Fg = \frac{32.064}{233.404} = 0.1374$$

7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

La diferencia de resultados entre determinaciones efectuados por duplicado, no debe exceder de 0.1%. En caso contrario, se debe repetir la determinación.

8 APENDICE

8.1 Observaciones

8.1.1 El sulfato de bario (BaSO₄) tiene una solubilidad de agua, de 3 mg/litro a 20°C. La solubilidad aumenta en presencia de ácidos minerales, debido a la formación del ion bisulfato, de este modo las solubilidades a 20°C en presencia de ácido clorhídrico (HCl) 0.1, 0.5, 1.0 Y 2.0 N son respectivamente de 10, 47, 87 y 101 mg/litro, aunque la solubilidad disminuye en presencia de un exceso moderado de iones de bario. Teniendo esto en cuenta se acostumbra efectuar la precipitación en solución débilmente ácida a fin de prevenir la posible formación de sales de bario, con aniones como cromatos, carbonatos y fosfatos que son insolubles en soluciones neutras; por otra parte el precipitado así formado consiste de partículas grandes que se filtran con mayor facilidad. Es también muy importante efectuar la precipitación a la temperatura de ebullición ya que la relativa sobresaturación es menor a temperaturas más elevadas, la concentración del ácido clorhídrico (HC) es limitada por la solubilidad del sulfato de bario (BaSO₄) pero se ha encontrado que una concentración de ácido clorhídrico (HCl) 0.1 N es adecuada, la solubilidad del precipitado en presencia de cloruro de bario (BaCl₂) con esta acidez, es despreciable.

El sulfato de bario (BaSO_4) exhibe una notable tendencia a coprecipitar otras sales. Los resultados pueden ser bajos o altos dependiendo del tipo de compuesto coprecipitado. El cloruro de bario (BaCl_2) y el nitrato de bario ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) pueden coprecipitar fácilmente, y estas sales pueden ser una adición al verdadero peso del sulfato de bario (BaSO_4) y por consiguiente los resultados pueden ser altos ya que el cloruro no cambia con la calcinación y el nitrato pasa a óxido. El error debido al cloruro puede reducirse grandemente por la adición muy lenta de solución caliente de cloruro de bario (BaCl_2) a la solución caliente de sulfato que se agita continuamente; el error debido al nitrato no puede evitarse por lo que los iones nitrato deben eliminarse por evaporación en presencia de un gran exceso de ácido clorhídrico (HCl) antes de la precipitación error no puede eliminarse por completo, excepto por eliminación de los iones interferentes. El aluminio, cromo y fierro (Al , Cr y Fe) pueden eliminarse por precipitación y la influencia de los demás iones, si se encuentran presentes, se reduce considerablemente por dilución de la solución y digestión del precipitado.

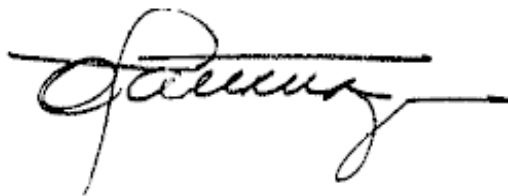
8.1.2 El sulfato de bario (BaSO_4) puro no se descompone cuando se calienta en presencia de aire seco, hasta que alcanza una temperatura de 1400°C . En cuanto al uso del papel filtro para separación del sulfato de bario (BaSO_4) sucede lo siguiente: puede reducirse fácilmente el sulfato de bario por el carbono del papel filtro, a temperaturas superiores a 600°C $\text{BaSO}_4 + 4\text{C} = \text{BaS} + 4\text{CO}$. La reducción se evita, quemando el papel sin que se inflame y después quemando el carbono lentamente a baja temperatura, con libre acceso de aire. Si se obtiene un precipitado gris, puede reoxidarse por tratamiento con ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado, seguido por volatilización del ácido y recalcinación. La calcinación del sulfato de bario (BaSO_4) no necesita efectuarse a una temperatura mayor de 600°C - 800°C . El fluoruro y fluorsilicato de bario son solubles en solución de ácido clorhídrico (HCl) caliente.

8.2 Bibliografía

- Furman Standard Methods of Chemical Analysis.- Sexta edición, 1965. Volumen 1.
- Applied Inorganic Analysis.- Hillerbrand-Lundell.- Segunda edición.- Páginas 8, 10 y 677.

México D.F., Julio 14, 1976

EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



ING. CESAR LARRAÑAGA ELIZONDO.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 2, 1976