

Nota: Esta Norma fue modificada de Norma Oficial Mexicana a Norma Mexicana, de acuerdo al Decreto publicado en el Diario Oficial de la Federación de fecha 6 de Noviembre de 1992.

NORMA MEXICANA NMX-AA-92-1984.

PROTECCION AL AMBIENTE- CONTAMINACION DEL SUELO - RESIDUOS SOLIDOS MUNICIPALES - DETERMINACION DE AZUFRE

PREFACIO

En la formulación de esta norma participaron los siguientes organismos:

- SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA.
Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación Ambiental.
- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL
Dirección General de Estudios Prospectivos.
Dirección General de Programación de Obras y Servicios Comisión de Ecología.

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

La presente Norma establece el método para la determinación de azufre transformándolo en sulfato de sodio mediante el tostado de los residuos sólidos en presencia de oxilita.

2.- REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas vigentes:

- NMX-AA-91 Protección al ambiente - Contaminación del suelo - residuos sólidos - Terminología.
- NMX-AA-52 Protección al ambiente - Contaminación del suelo - residuos sólidos municipales - Preparación de muestras en laboratorio para su análisis.

3.- DEFINICIONES

Para los efectos de esta Norma las definiciones son las establecidas en la Norma Mexicana NMX-AA-91.

4.- APARATOS Y EQUIPO

Equipo usual de laboratorio además de:

- 4.1 Balanza analítica con sensibilidad 0.001 g
- 4.2 Estufa con regulador de temperatura, capaz de alcanzar temperatura de 373 K (100°C) como mínimo.
- 4.3 Mufla con regulador de temperatura capaz de alcanzar y mantener 873 K (600°C) como mínimo.
- 4.4 Parrilla eléctrica con regulador de temperatura
- 4.5 Embudo de vidrio tallo largo con boca de 12 cm de diámetro.

- 4.6 Vasos de precipitado de 1000 cm³ de capacidad.
- 4.7 Crisol de porcelana de 30 cm³ de capacidad.
- 4.8 Matraz Erlenmeyer de 500 cm³ de capacidad.
- 4.9 Crisol con lupa, ambos de platino o níquel de 60 cm³ de capacidad.
- 4.10 Desecador con deshidratante.

5.- REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Reactivos

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

- 5.1.1 Oxilita o peróxido de sodio (Na_2O_2)
- 5.1.2 Solución de cloruro de bario (BaCl_2) al 10%
- 5.1.3 Solución de nitrato de plata (AgNO_3) al 1 %
- 5.1.4 Solución de ácido nítrico(HNO_3) 1:5
- 5.1.5 Solución indicadora de fenolftaleína (0.2 g de fenolftaleína en 100 cm³ de alcohol etílico al 95%).

5.2 Materiales

- 5.2.1 Papel filtro Whatman No. 40 ó similar de 11 cm de diámetro.

6.- OBTENCION DE LA MUESTRA

La muestra se toma en cantidad suficiente para efectuar la determinación por duplicado según la Norma Mexicana NMX-AA-52.

7.- PROCEDIMIENTO

- 7.1 Pesar en el crisol de 2 a 3 g de muestra.
- 7.2 Añadir de 1 a 2 g de peróxido de sodio al crisol que contiene la muestra y se homogeneiza, se tapa y se coloca en la parrilla eléctrica.
- 7.3 Encender la parrilla eléctrica para que se realice el tostado de azufre contenido en la muestra. La conversión completa a sulfato de sodio se realiza cuando la muestra y el peróxido de sodio cambia al estado líquido, a continuación, se retira para su enfriamiento.
- 7.4 En el vaso de precipitado añadir 300 cm³ de agua y colocar dentro de este, el crisol conteniendo el producto obtenido en el punto anterior, añadir de 5 a 10 gotas de solución de fenolftaleína y agregar con cuidado la solución de ácido nítrico hasta decolorar la solución y se homogeneiza con un agitador.

7.5 Agregar 5 cm³ de solución de Cloruro de Bario.

7.6 Tapar el vaso y dejarlo reposar cuando menos 12 h, para la precipitación y postprecipitación del sulfato de Bario.

7.7 Filtrar el contenido del vaso y lavarlo con agua caliente que también se filtra. En este momento se encuentra retenido en el filtro sulfato de Bario y Cloruro de Bario.

7.8 Separar el Cloruro del Bario del Sulfato de Bario haciéndole pasar agua caliente hasta que el agua filtrada no se enturbie al cargar la solución del nitrato de Plata.

7.9 Secar en la estufa a 333 K - 353K (60°C - 80°C) durante 2 horas hasta peso constante, el crisol de porcelana que contiene el filtro y el filtrado.

7.10 Calcinar el filtro y el filtrado en la mufla a 973 K a 1073 K (700° a 800°C) durante una hora. Enfriar el crisol en el desecador, hasta el peso constante.

La diferencia de peso entre el crisol vacío a peso constante y con muestra a peso constante, corresponde al Sulfato de Bario.

8.- CALCULOS

EL porcentaje de azufre se calcula con la siguiente fórmula:

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

Donde:

S = Contenido de azufre en %

G₁ = Masa de Sulfato de Bario en g

G = Masa de la muestra del residuo sólido en g

0.1374 = Factor gravimétrico de conversión del Sulfato de Bario a azufre (Fg).

Donde:

$$Fg = \frac{\text{Masa atómica de azufre}}{\text{Masa molecular del Sulfato de Bario}}$$

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

9.- REPRODUCCION DE LA PRUEBA

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

10.-BIBLIOGRAFIA

A.O.A.C. 1978

American Organization Agricultural Chemistry 1978.