

Tomo XXXV.—N.º 1

Junio de 1932

ANALES DE LA ASOCIACIÓN

DE

QUÍMICA Y FARMACIA DEL URUGUAY

---



## Determinación de la alcalinidad en las soluciones de hipocloritos alcalinos

Por el prof. PEDRO PELUFFO

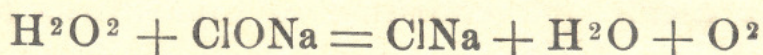
La alcalinidad de las soluciones de hipoclorito es debida a la presencia de álcali libre y de carbonato. La determinación directa en presencia de los reactivos indicadores no es posible, por la acción decolorante que sobre éstos ejercen los hipocloritos; es necesario, para realizarla, descomponerlos. Los reactivos que he utilizado para producir esa descomposición son el calor, el agua oxigenada, el hidrato cobaltoso o níqueloso y el hiposulfito de sodio. Veamos la técnica a seguir en cada caso:

**Por el calor.** — Se pone en una cápsula de porcelana 5 c. c. o 10 c. c. de la solución de hipoclorito, los que se evaporan a sequedad en la estufa o a baño de arena. El residuo se calcina ligeramente. Se deja enfriar, se trata por agua destilada, recogiendo ésta y las aguas de lavaje en un matraz de Erlenmeyer; se agrega unas gotas de solución alcohólica de fenolftaleína, y se deja caer solución normal de ácido clorhídrico, hasta desaparición del color rosado; se adiciona después de unas gotas de solución de heliantina y se vierte nuevamente ácido hasta viraje de este indicador. El volumen de ácido correspondiente al álcali, se obtiene restándole del volumen empleado en presencia de la fenolftaleína, el volumen gastado con la heliantina. Este volumen corresponde a la mitad del carbonato.

**Por el agua oxigenada.** — Se miden 5 c. c. o 10 c. c. de la solución de hipoclorito, se le agrega 5 c. c. o 10 c. c. de solución de agua oxigenada de 7 a 10 volúmenes, previamente neutralizada con una solución N/10 de soda en presencia de la fenolftaleína. El volumen de agua oxigenada a agregar depende del grado clorométrico del hipoclorito;



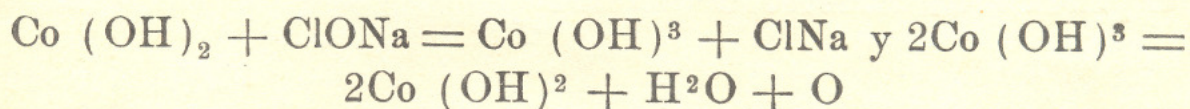
por lo tanto, conociéndolo, se puede determinar con auxilio de la siguiente ecuación:



Al agregar el agua oxigenada se produce efervescencia, se calienta ligeramente y después hasta ebullición, se deja enfriar y se determina como el caso anterior.

Igual resultado se obtiene si se mantiene la mezcla de hipoclorito y agua oxigenada durante una hora, en frío, agitándola a intervalos.

**Con el hidrato cobaltoso.** — Este compuesto, así como el hidrato níqueloso producido en el seno de la solución de hipoclorito, lo descompone, obrando catalíticamente. La ecuación química sería:



Se hace una solución de nitrato cobaltoso al 5 % y se determina previamente por el procedimiento de Lescœur (Denigés, pág. 478), la cantidad de c. c. de álcali normal o N|10 necesarios para precipitar el cobalto de 1 c. c. de solución. Con dicha concentración se emplean 0 c. c. 3 de solución N de potasa.

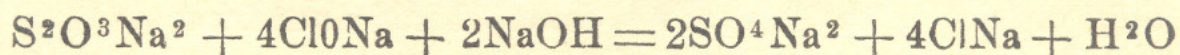
Se pone en un matraz de Elermeyer 5 c. c. o 10 c. c. de la solución de hipoclorito, se agrega 20 c. c. o 25 c. c. de agua destilada y 1 c. c. de la solución de nitrato de cobalto. Se produce un precipitado de color oscuro. Se agita y se lleva a la ebullición durante 5 minutos, a fin de acelerar la descomposición. Se filtra, se lava el residuo con agua, se deja enfriar y se dosifica como en los casos anteriores, teniendo presente que el volumen de solución de álcali normal empleado en la precipitación del cobalto contenido en 1 c. c. de la solución hay que sumárselo al volumen de ácido empleado en presencia de la fenolftaleína.

**Con el hiposulfito de sodio.** — Se pone en un matraz de Elermeyer 10 c. c. de la solución de hipoclorito y 5 c. c. de una solución de hiposulfito de sodio al 10 %, se



deja durante 15 minutos, agitando a intervalos, y después se practica la dosificación como en los casos anteriores.

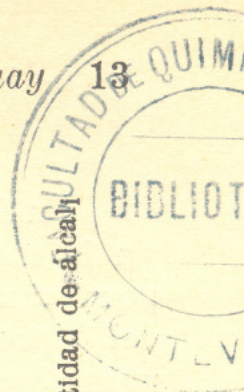
Para efectuar el cálculo es necesario tener presente la cantidad de álcali que consume el hiposulfito al ser oxidado por el hipoclorito; la que puede determinarse conociendo el grado clorométrico del hipoclorito y con auxilio de la siguiente ecuación:



Esa cantidad de soda expresada en c. c. de solución normal hay que sumárselo al volumen de solución de ácido gastado en presencia de la fenolftaleína.

A continuación se expresan los resultados obtenidos en la dosificación de la alcalinidad, por los métodos descritos, en dos muestras de solución de hipoclorito que se expenden en nuestro comercio:





Reactivo	Método de preparación	Vol. emple.	c. c. de HCl N. Fenolftaleína	Corrección	c. c. de HCl N. Heliantina	c. c. de HCl total	Álcali en NaOH P/L	CO <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> P/L	Alcalinidad en CO <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> P/L
Calor	Electrolisis (S. C.)	10	3,8	—	3,6	7,4	0,8	38,16	39,22
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		10	3,8	—	3,6	7,4	0,8	38,16	39,22
Sol. de NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Co	Con cloruro de cal (A. J.)	10	3,5	(1) + 0,3 = 3,8	3,5	7,3	1,20	37,10	38,69
Sol. de S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Na <sub>2</sub>		10	2,5	(2) + 2,5 = 5	2,5	7,5	—	—	39,75
Calor		10	12,5	—	6,4	18,9	24,40	67,84	100,17
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		10	12,6	—	6,2	18,8	25,60	65,78	99,64
Sol. de NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Co		10	13,2	(1) + 0,3 = 12,5	6,1	18,5	25,60	64,66	98,58
Sol. de S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Na <sub>2</sub>		10	9,8	(3) + 2,5 = 12,3	6,5	18,8	23,20	68,90	99,64

1 — 1 c. c. de la solución de nitrato de cobalto gasta 0 c. c. 3 de KOH para precipitar el cobalto.

2 — 10 c. c. de solución contienen 0 gr. 377 de hipoclorito de sodio, que al oxidar al hiposulfito, gastan una cantidad de alcali igual a la que contienen 2 c. c. 5 de solución N.

3 — 10 c. c. de solución contienen 0 gr. 375 de hipoclorito de sodio.



En la determinación del álcali libre por el hiposulfito en la muestra (S. C.), se comete un error, a causa de la poca cantidad de álcali libre que contiene. La oxidación del hiposulfito se realiza a expensas del álcali del carbonato; pero la cantidad de la alcalinidad total concuerda con la determinada por los otros métodos.

La alcalinidad total podría determinarse: 1.º dosificando los cloruros, cloratos e hipocloritos; 2.º tratando un volumen de solución de hipoclorito por un exceso de ácido sulfúrico, evaporando el líquido a baño de arena o a fuego directo hasta desprendimiento total de vapores sulfúricos. El residuo se disuelve en agua y en la disolución acuosa se dosifica el anión sulfúrico. Se calcula los aniones cloro, hipocloroso y clorato en anión sulfúrico y se resta de la cantidad dosificada, la diferencia es el anión sulfúrico correspondiente al álcali libre y carbonatado.

### Conclusiones:

1.º Que el empleo del calor, el agua oxigenada y el hidrato cobaltoso, de acuerdo con las técnicas descritas, permiten la dosificación del álcali y del carbonato en las soluciones de hipoclorito.

2.º Que con el hiposulfito de sodio pueden hacerse esas dos determinaciones cuando la cantidad de álcali libre es superior a la que necesita la oxidación del hiposulfito por el hipoclorito que hay en la solución.

3.º Que en los otros casos el hiposulfito permite la dosificación de la alcalinidad total.

4.º Por lo sencillo y rápido que resulta el empleo del calor y del agua oxigenada y por la exactitud en los resultados, convienen estas dos técnicas para efectuar la dosificación del álcali libre y carbonatado en las soluciones de hipoclorito.

---