



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NMX-K-075-1970

**METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE
CARBONO EN AZUFRE**

CARBON DETERMINATION IN SULFUR - TEST METHOD

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE CARBONO EN
AZUFRE

CARBON DETERMINATION IN SULFUR - TEST METHOD

1 ALCANCE

La presente Norma establece el método para la determinación de carbono en azufre (Método "Carsul").

2 APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Vaso Berzelius de 300 ml, con labios sin pico, de forma alargada.

Estufa con regulador de temperatura.

Dedal de cartón thimble (ver 8.1.1).

Pesa-filtro de forma alta de 80 ml de capacidad.

Frasco de extracción Bailey-Walker y un condensador tipo Bailey-Walker (ver figura 1).

Parrilla eléctrica con regulador de temperatura.

Equipo común de laboratorio.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

Los reactivos y soluciones que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico. Cuando se habla de agua debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

Hidróxido de amonio concentrado.

Alcohol etílico de 96%.

Bisulfuro de carbono.

4 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra representativa obtenida según la Norma Oficial de Muestreo par Azufre NMX-K-041 en vigor, se muele a que pase en su totalidad por un tamiz de 149 micras de abertura, se homogeneiza y se separa la cantidad necesaria para la determinación.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Principio

El método consiste en la reacción desarrollada entre el azufre y los hidrocarburos en el punto de ebullición del azufre (444°C), liberando el hidrógeno como sulfuro de hidrógeno, formando compuestos de carbón y azufre, insolubles en bisulfuro de carbono, quedando un residuo de carbón que es una fracción conocida.

5.2 Determinación

5.2.1 Se pesan con precisión al centígramo 15 g. de azufre y se transfieren al vaso Berzelius. Se cubre con un vidrio de reloj, se lleva lentamente a ebullición y se mantiene así durante 15 minutos. Se regula la temperatura de calentamiento de tal forma que los vapores ocupen las tres cuartas partes del vaso y que al condensarse caigan en la muestra en ebullición. Se enfría a 150°C aproximadamente (se nota por el aumento de la fluidez), se añaden ± 0.5 ml de hidróxido de amonio, se tapa el vaso y se agita para solidificar el contenido.

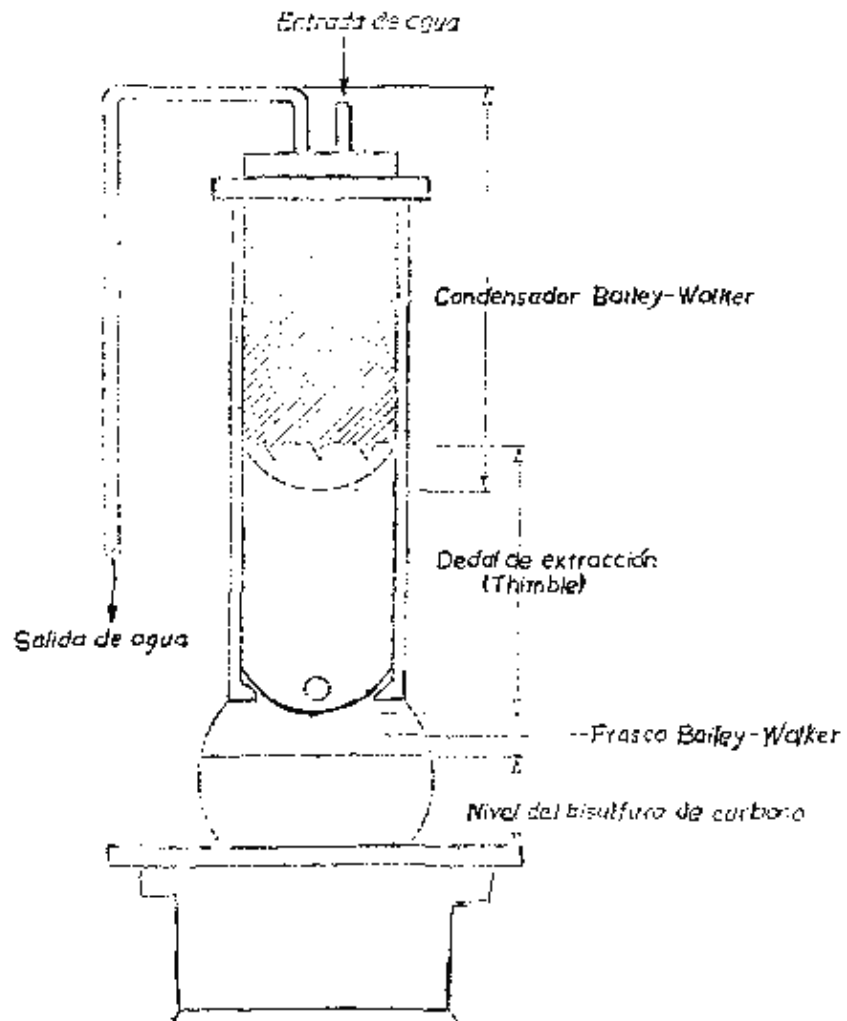
5.2.2 Se deja enfriar a la temperatura ambiente y se coloca en la estufa a 105°C durante una hora. Se enfría y se transfiere el contenido a un mortero, se tritura empleando en la operación 1 ml. de alcohol etílico. Se transfiere íntegramente la muestra a un dedal de cartón previamente lavado con bisulfuro de carbono y puesto a peso constante a 80°C.

5.2.3 Se introduce el dedal en el frasco de extracción Bailey Walker, se añaden 35 ml de bisulfuro de carbono, se conecta el condensador, se coloca el aparato sobre la parrilla y se refluye durante una hora (ver fig. 1). Se deja enfriar el aparato, se saca el dedal, se introduce en el pesafiltros y se le elimina el residuo de bisulfuro de carbono, por medio de vacío o dejándolo evaporar durante una hora (ver 8.1.2). Se introduce en la estufa a una temperatura de 80°C hasta eliminar las trazas de bisulfuro de carbono. Se enfría en el desecador, se saca el dedal del vaso y se pesa (ver 8.1.3).

6 CALCULOS Y RESULTADOS

El porciento del contenido de carbono en la muestra se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{ Carbono} = \frac{P1 \times F \times 10\ 000}{P (100 - \% \text{ Humedad})}$$



En donde:

P_1 = Peso del residuo en mg.

F = factor de conversión empírico tradicionalmente aceptado = 0.402

P = Peso de la muestra en mg.

7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

Los resultados obtenidos para diferentes porciones de la muestra representativa usada no deben diferir más de 0.005 unidades de porciento de carbono. En caso contrario se recomienda repetir la determinación.

8 APENDICE

8.1 Observaciones

8.1.1 El dedal de cartón Thimble, es similar al usado para la extracción de aceites en semillas en el aparato Soxhlet.

8.1.2 Deben tomarse las precauciones necesarias ya que el bisulfuro de carbono se incendia con facilidad.

8.1.3 Normalmente, una hora es el tiempo necesario para evaporar las trazas de bisulfuro de carbono. Sin embargo, se recomienda repetir el secado durante 30 minutos para verificar el peso constante del dedal.

8.2 Bibliografía.

8.2.1 Tuller, W.W. the Sulphur Data Book. Mc Graw Hill. págs. 102, 103, 1954.

México, D.F., Agosto 9, 1971

EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



ING. JOSE M. ALCALA A.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 18, 1971

Esta Norma cancela a la: NMX-K-075-1969