



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-076-1971

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

ARSENIC DETERMINATION IN SULFUR TEST METHOD

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE SELENIO EN AZUFRE

ARSENIC DETERMINATION IN SULFUR TEST METHOD

1 ALCANCE

La presente Norma establece el método para la determinación de selenio en azufre. Este método se aplica cuando el contenido de selenio varía de 0.0001 a 0.00005 % como Se.

2 APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Balanza granataria con sensibilidad de 0.1 g.

Fotocolorímetro con filtro de 400-465 nanometros (ver 8.1.1).

Baño de agua capaz de mantener $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Baño de hielo.

Plancha eléctrica con regulador de calentamiento.

Celdas para el fotocolorímetro, de 40 mm de espesor.

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.

Solución de bromo-tetracloruro de carbono

Se mezclan 2 volúmenes de bromo elemental en 3 volúmenes de tetracloruro de carbono.

Solución de sulfato de hidrazina

Se disuelven 2.5 g de sulfato de hidrazina en 100 ml. de agua.

Solución patrón de Selenio

En una cápsula de porcelana, se pone 1.0000 g. de selenio; se agregan 10 ml. de ácido nítrico concentrado y se evapora a sequedad en el baño de agua.

Se agregan 10 ml. de agua y en la forma descrita se lleva a sequedad.

Se repite la evaporación con agua hasta que los vapores que se desprendan no den reacción ácida al vire del papel tornasol. Se disuelve el residuo con agua; se transfiere a un matraz aforado de 1000 ml; se completa con agua hasta la marca, y se agita vigorosamente para homogeneizar. (1 ml de esta solución contiene 0.001 g de Se).

Solución de ácido sulfúrico al 50%

Acido nítrico concentrado

4 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra representativa obtenida según la Norma de Muestreo para Azufre Norma Mexicana 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

Por reacción del selenio con sulfato de hidrazina en un medio de ácido sulfúrico, se desarrolla una coloración que se compara con una serie de patrones preparados en las mismas condiciones.

5.2 Preparación de la curva de calibración

5.2.1 En matraces aforados de 100 ml. se transfieren una serie de alícuotas de la solución patrón, que contengan 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 y 20 ml; se completan con solución de ácido sulfúrico al 50% hasta la marca y se agitan. (1 ml de cada una de estas soluciones contiene respectivamente, 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160, 180 y 200 microgramos de selenio).

5.2.2 Se toma una alícuota de 1 ml de cada una de las soluciones patrón, al mismo tiempo que se prepara un testigo con 1 ml de la solución de ácido sulfúrico al 50%; se transfieren a matraces Erlenmeyer de 250 ml y se procede como se indica en 5.3.3. Se hacen las lecturas y se grafican anotando como abscisas las concentraciones y como ordenadas las lecturas correspondientes.

5.3 Procedimiento

5.3.1 Se pesan con precisión al miligramo 20 g de muestra y se transfieren a un matraz Erlenmeyer de 500 ml. Se añaden 80 ml. de la solución de bromo-tetracloruro de carbono y

se dejan reposar durante 30 minutos, agitando ocasionalmente. Se añaden gota a gota, con agitación continua y bajo campana, 100 ml de ácido nítrico concentrado enfriando ocasionalmente en el baño de hielo. (ver 8.1.2).

5.3.2 Se coloca el matraz en el baño de agua a 80°C y bajo campana hasta la eliminación de los vapores de bromo-tetracloruro de carbono. A partir de este momento se continúa lentamente la eliminación de los vapores de trióxido de azufre en la plancha de calentamiento (ver 8.1.3). Si la solución resultante no es incolora, se enfría; se añaden 10 ml de ácido nítrico concentrado y se lleva a ebullición en la plancha de calentamiento hasta la formación de humos blancos. Se enfría la solución y con porciones de 50 ml de agua se continúa evaporando hasta el desprendimiento de humos blancos para eliminar las últimas trazas de ácido nítrico. (Ver 8.1.4).

5.3.3 Se añaden 50 ml de agua (ver 8.1.5); se lleva lentamente a ebullición; se añaden 10 ml de la solución de sulfato de hidrazina y se continúa la ebullición dos minutos más. Se deja enfriar a la temperatura ambiente; se transfiere la solución a un matraz aforado de 100 ml y se completa, con agua, hasta la marca. Se fija el cero del fotocolorímetro con el testigo a 400-465 nanómetros, usando celdas de 40 mm de espesor; se hacen las lecturas y se leen en la curva, preparada según 5.2.2, los microgramos de selenio equivalentes.

6 CALCULOS Y RESULTADOS

El porcentaje de selenio en la muestra se calcula de acuerdo con la siguiente expresión:

$$\% \text{ Se} = \frac{P}{P_1 \times F} \times 100$$

En donde:

P = microgramos de selenio determinados en la curva de calibración.

P₁ = peso en gramos de la muestra.

F = factor de conversión de gramos a microgramos igual a 1 000 000.

7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

Los resultados obtenidos para diferentes porciones de la muestra representativa usada no deben diferir más de 0.00003 unidades de porcentaje de Se. En caso contrario se recomienda repetir la determinación.

8 APENDICE

8.1 Observaciones

8.1.1 La unidad de medida para la longitud de onda, que emplean los fabricantes de aparatos ópticos, es la milimicra que equivale a un nanómetro en el sistema métrico decimal.

8.1.2 Si la cantidad de muestra empleada en la determinación excede 1 ó más gramos de la indicada, deben adicionarse cantidades proporcionales a las indicadas de las soluciones de bromo-tetracloruro de carbono y de ácido nítrico concentrado.

8.1.3 Es conveniente el uso de la plancha para poder controlar fácilmente la reacción. Debe evitarse cualquier proyección o derrame, pues esto alteraría los resultados.

8.1.4 Normalmente es necesario repetir tres veces la evaporación con agua para eliminar las trazas de ácido nítrico en el ácido sulfúrico formado.

8.1.5 El volumen de ácido formado cuando se toma una muestra de 20 g de azufre es de 35 ml. Al adicionar los 50 ml. de agua, el volumen total de la solución no debe exceder de 80 ml, para lo cual puede disminuirse la cantidad adicionada de agua.

8.2 Bibliografía

8.2.1 Tuller, W.N. The Sulphur Data Book, pag. 108- 109. Mc Graw Hill Book Co. Inc., 1964.

México, D.F., Junio 11, 1971
EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



ING. JOSE M. ALCALA A.
Fecha de aprobación y publicación: Junio 15, 1971
Esta Norma cancela a la: NMX-076-1970