



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-225-1968

**DETERMINACION DE NITRATOS EN ACIDO SULFURICO
(METODO DE LA BRUCINA)**

NITRATES IN SULPHURIC ACID

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

DETERMINACION DE NITRATOS EN ACIDO SULFURICO (METODO DE LA BRUCINA)

NITRATES IN SULPHURIC ACID

1 ALCANCE

1.1 La presente Norma establece el método colorimétrico para la determinación de nitratos en ácido sulfúrico.

1.2 El método se aplica cuando el contenido de nitratos varía de 0.00001 a 0.0005%.

2 APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g

Balanza granataria capaz de pesar 0.1 g

Fotómetro con filtro de 425 milimicras y celdas de 15 a 20 mm de espesor.

Bureta de 25 ml graduada en 0.1 ml

Matraz aforado de 1000 ml con tapón

Matraces aforados de 50 ml con tapones

Equipo usual de laboratorio.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

3.1 Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser reactivos analíticos a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se entenderá agua destilada.

Acido sulfúrico concentrado de 95% libre de nitratos.

Solución de brucina al 5% en cloroformo. Precaución. La brucina debe manejarse con cuidado ya que es un producto venenoso.

Solución Patrón de nitrato de potasio conteniendo 0.1 mg de NO_3 por ml.

Se pesan con exactitud 0.163 g de KNO_3 el cual ha sido secado en estufa a 105°C durante 2 horas y se transfieren al matraz aforado de 1000 ml; se disuelve con 50 ml de agua y se afora con agua, agítense hasta homogeneizar.

3.2 Preparación de la gráfica de calibración.

3.2.1 De la solución patrón de nitratos, se toman alícuotas de 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, y 3.0 ml y se colocan en matraces aforados de 50 ml, se completa el volumen a 10 ml con agua. Con una bureta agregar a cada matraz 0.2 ml de la solución de brucina al 5% y lentamente y con agitación continua 50 ± 1 g de ácido sulfúrico, se lavan las paredes del vaso con 5 ml de agua. Los matraces se colocan en un baño de agua helada hasta que la temperatura sea de 20°C . Se sacan los matraces del baño y se aforan con agua hasta la

marca; se agitan bien al mismo tiempo se prepara un testigo empleando las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar la solución de nitrato.

3.2.2 Con el testigo se fija el 100% de transmisión del fotómetro y se determina el porcentaje de transmisión a 450 milimicras, de cada una de las soluciones tipo preparadas, empleando celdas de 15 a 20 mm de espesor.

3.2.3 Se construye la gráfica colocando en el eje de las abscisas las concentraciones de nitrato y en el de las ordenadas los valores correspondientes al porcentaje de transmisión.

4 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra se extrae como se indica en la Norma NMX-K-230 en vigor. Se homogeneiza y se toma una cantidad de 50 ± 0.1 g para la determinación.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Principio

El método consiste en la formación de una solución amarilla producida por la reacción del ion nitrato en la brucina en un medio fuertemente ácido y caliente. La intensidad de esta coloración se mide en un fotómetro.

5.2 Determinación

5.2.1 A un matraz aforado de 50 ml se transfieren con cuidado 0.2 ml de solución de brucina y 10 ml de agua. Se adiciona al matraz lentamente y con agitación continua 50 ± 0.1 g de ácido sulfúrico por analizar. Se lavan las paredes con 5 ml de agua aproximadamente. Se deja reposar 5 minutos, se afora y se coloca el matraz con su contenido en un baño de agua helada hasta que la temperatura sea 20°C . Se afora con agua y se agita perfectamente.

5.2.2 Se fija el 100 % de transmisión del fotómetro con una solución patrón preparada según se indica en 3.2.1.

5.2.3 Se transfiere la solución resultante obtenida en 5.2.1., a una celda de 15 a 20 mm de espesor y se determina el por ciento de transmisión a 425 milimicras.

Con la gráfica obtenida en 3.2.5, se fija el contenido de nitratos.

6 CALCULOS Y RESULTANTES

El contenido de nitratos en tanto por ciento se calcula con la siguiente expresión:

$$\text{NO}_3\% = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

Donde:

G = Gramos de nitratos según la gráfica de calibración.

G₁ = Gramos de la muestra para la determinación.

7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe ser mayor de 0.00001%; en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

8 APENDICE

8.1 Observaciones

8.1.1 La coloración amarilla tiene un desarrollo aceptable cuando la relación en volumen de ácido concentrado-solución de nitrato es de 2:1 respectivamente.

8.1.2 Los nitritos interfieren positivamente en la reacción. En este caso se agrega 1 ml de solución de ácido sulfámico al 0.5% y se sigue la determinación.

8.1.3 Un contenido alto de cloruro interfiere positivamente. En este caso se evapora la muestra a sequedad y el residuo se trata con 10 ml de ácido sulfúrico 1:5, se filtra sobre papel filtro de poro fino, recibiendo el filtrado en el matraz aforado de 50 ml, antes de añadir la brucina.

8.1.4 Cuando la muestra de ácido sulfúrico presente una coloración oscura, se añade gota a gota y con agitación continua una solución de KMnO₄ al 0.1% hasta que el líquido sea incoloro.

8.1.5 Con el cálculo de la concentración de nitratos por medio de la gráfica de calibración se debe reducir a la mitad el valor correspondiente a dicha concentración.

8.2 Normas de referencia

NMX-R-050 Norma Mexicana para la elaboración de Normas.

8.3 Bibliografía

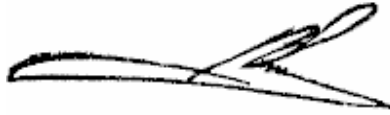
Boltz D.F. Colorimetric Determination of Nonmetals pags. 141-144-1958.

Welcher F.S. Standard Methods of chemical analysis Vol. 11 A pag. 543, 1965. Ed. D. Van Nostrand.

Kirk Othmer Encyclopedia of chemical technology Vol. 1.

Feigl F. Spot Tests inorganic analysis pag. 301,1954. Elsevier Publishing.

EL OFICIAL MAYOR

A handwritten signature in black ink, consisting of a long horizontal stroke followed by a series of loops and a final upward stroke.

LIC. FRANCISCO RODRIGUEZ GOMEZ

Fecha de aprobación y publicación: Mayo 12, 1969.