



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-226-1979

ACIDO SULFURICO - DETERMINACION DE ACIDEZ TOTAL

*SULFURIC ACID - DETERMINATION OF TOTAL ACIDITY -
TITRIMETRIC METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes organismos:

- COMITE CONSULTIVO DE NORMALIZACION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.
- DIRECCION GENERAL DE CONTROL DE ALIMENTOS, BEBIDAS Y MEDICAMENTOS DE LA SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.
- DIRECCION GENERAL DE IMPUESTOS INTERIORES DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

- INDUSTRIAS RESISTOL, S.A.
- SOSA TEXCOCO, S.A.
- BAYER DE MEXICO, S.A.
- INDUSTRIA MINERA DE MEXICO, S.A.
- QUIMICA FLUOR, S.A. DE C.V.
- CYDSA
- PENNWALT, S.A.

ACIDO SULFURICO - DETERMINACION DE ACIDEZ TOTAL

SULFURIC ACID - DETERMINATION OF TOTAL ACIDITY - TITRIMETRIC METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

La presente norma establece el método volumétrico para la determinación de acidez total en ácido sulfúrico y es aplicable cuando la concentración varía de 92 a 98%.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma, es indispensable la consulta de la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-K-230 Método de muestreo para ácido sulfúrico.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se mencione agua, debe entenderse agua destilada o desmineralizada y neutra al rojo de metilo.

-Solución valorada de hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 N

-Solución indicadora de rojo de metilo al 0.1 % en etanol del 95%.

3.2 Materiales

- Bulbos de vidrio para determinar la masa del ácido, de aproximadamente 4.0 ml de capacidad (2 cm de diámetro). También puede usarse el tubo Dely o la pipeta de Lunge; en estos casos efectuar las disoluciones necesarias para llevar a cabo la titulación.

- Bureta de 50 ml graduada en 0.1 ml.

- Mechero de alcohol.

- Guantes de neopreno.

- Saco de neopreno.

- Careta de seguridad.

- Material común de laboratorio.

4 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica con ± 0.1 mg de sensibilidad.
- Campana de extracción

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Precauciones de seguridad

5.1.1 Para efectuar estas pruebas se recomienda usar el equipo de seguridad; guantes de neopreno, saco de neopreno y careta de seguridad.

5.1.2 El material por analizar, se debe mantener en la campana de extracción y sobre la charola para ácidos.

5.1.3 En el momento de tomar la muestra, el extractor de la campana debe estar funcionando y el frasco conteniendo el H_2SO_4 no debe ser retirado de la charola para ácidos.

5.1.4 En caso de salpicaduras con H_2SO_4 . Lávese con abundante agua, o bien utilice la regadera de seguridad si es necesario. En caso de salpicar a los ojos, lavarlos con agua abundante durante 15 minutos por lo menos y recibir atención médica inmediata.

5.1.5 Se debe tener especial cuidado en el manejo del bulbo con las pinzas, ya que es posible que por presión de éstas pueda romperse aquél y sufrir una salpicadura de ácido.

5.1.6 Romper primero el capilar del bulbo antes de romper éste para evitar proyecciones fuera del vaso de precipitados debidas a la violenta reacción y después triturar el bulbo.

5.2 Toma de muestra

La muestra se extrae de acuerdo con la Norma Mexicana NMX-K-230 vigente (véase 2).

5.3 Porción de análisis

Es necesario que la porción de muestra para el análisis, extraída con el bulbo no se contamine con la humedad, para lo cual la parte recta del mismo debe sumergirse en el seno del ácido a una profundidad adecuada.

Determinar en la balanza analítica la masa del bulbo de vidrio (véase fig.1) calentarlo con mechero e inmediatamente sumergir la parte recta en el seno del ácido previamente agitado, dejar que éste ascienda al enfriarse el bulbo, hasta ocupar aproximadamente la cuarta parte de su capacidad, retirarlo, secarlo rápidamente y sellar la terminal del

capilar con mechero, cuidando de no perder nada del vidrio del bulbo, determinar la masa total y por diferencia, la de la porción de muestra para el análisis.

5.4 Determinación

5.4.1 Colocar el bulbo sellado conteniendo la porción de muestra en un vaso de precipitados de 400 ml que contenga aproximadamente 150 ml de agua, cubrirlo con un vidrio de reloj, romper el bulbo y tritararlo con un agitador de vidrio que tenga la punta roma (véase 5.1.6), lavar con agua el agitador, sacarlo del vaso de precipitados y lavar también las paredes de éste con una pizeta, agregar 2 gotas de solución indicadora de rojo de metilo y titular con solución valorada de hidróxido de sodio 0.5N, hasta el vire del indicador. (La agitación debe ser lenta al principio, utilizando agitador con gendarme, y enérgica al aproximarse al vire).

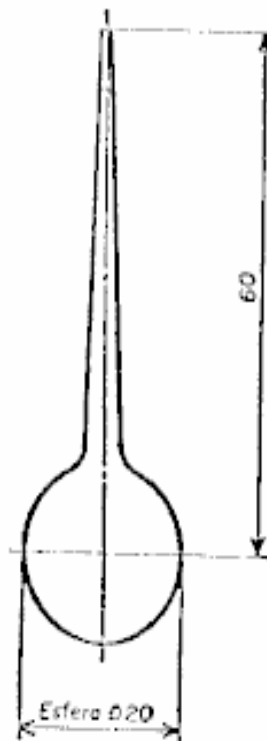


FIGURA 1. - BULBO ESFERICO DE VIDRIO

6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

La acidez total expresada como porcentaje en masa de ácido sulfúrico se calcula por la ecuación siguiente:

$$\% \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{V \times N \times 0.4905}{m} \times 100$$

En donde:

V = Mililitros de solución de hidróxido de sodio gastados en la titulación.

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

0.04905 = Miliequivalente del H_2SO_4

m = Masa de la porción de la muestra contenida en el bulbo, expresada en gramos.

7 REPETIBILIDAD

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor del 0.30%.

8 BIBLIOGRAFIA

Procedimiento estándar de análisis N° 21 -PEA-22-14 -B, Industrias Resistol, S.A. Septiembre de 1975.

F.J. Welcher. Standard Methods of Chemical Analysis D. Van Nostran Company, Inc. Volumen II-A 1965, páginas 540 - 541.

9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma concuerda básicamente con la norma ISO-910-1977 (E), en los capítulos relacionados con ácido sulfúrico.

APENDICE

A.1 Las normas NMX que se mencionan en esta norma, corresponden a las normas NMX de la misma letra y número.

México, D.F., Abril 10, 1979

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' and 'S' intertwined, with a horizontal line crossing through the middle of the 'R'.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Abril 25, 1979

Esta Norma cancela a la: NMX-K-226-1968