



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-227-1968**

**DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO  
EN ACIDO SULFURICO**

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO EN ACIDO SULFURICO

### AVISO AL PUBLICO.

Se hace del conocimiento de los particulares, que con fundamento en el Artículo 29 de la Ley General de Normas y de Pesas y Medidas, se les concede un plazo de tres meses contando a partir de la fecha de publicación del presente aviso, para que aporten a esta Dependencia Oficial, los datos necesarios y hagan las observaciones pertinentes para la fijación de la Norma que a continuación se expresa, apercibidos que de no hacerlo, esta Secretaría aprobará dicha Norma en los términos que considere procedentes.

#### 1. ALCANCE

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

1.2 Este método se aplica cuando el contenido de arsénico varía de 0.000001% a 0.0155.

#### 2. APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g.

Termómetro.

Baño de agua a 20° C

Aparato que consta de lo siguiente.

Un matraz Erlenmeyer de vidrio resistente de 125 ml.

Un tubo de 80 a 100mm de largo y de 10mm de diámetro interior.

Un tubo de vidrio de 100 mm a 120 mm de largo y de 3.0 de diámetro interior con un ligero estrechamiento a 2 cm de la parte inferior.

#### 3. MATERIALES Y REACTIVOS

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

Solución de bromuro mercurio al 5% en alcohol etílico (HgBr<sub>2</sub>).

Tiras de papel impregnado con bromuro mercurio.

Para la preparación de las tiras se emplea un papel de grano fino (ver 8.1.2), el cual se sumerge en solución de HgBr<sub>2</sub> durante una hora; se seca, se deja escurrir, se presiona para

eliminar el exceso de solución y se deja secar en la oscuridad dentro de un desecador con CaCl o bien metiendo el papel dentro de una estufa a 90° C durante 10 minutos.

Se cortan las tiras de 2.5 x 120 mm se colocan dentro de un tubo de ensaye y éste a su vez dentro de un frasco de color ámbar de boca ancha conteniendo CaCl<sub>2</sub> anhidro. El frasco debe taparse inmediatamente.

Solución ácida de cloruro de sodio (NaCl).

Se mezcla un volumen de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado con 4 volúmenes de agua, y se disuelven 10 g de NaCl por cada 100 ml de solución.

Solución de cloruro estañoso

Se disuelve 22.6 g de SnCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O en 56 ml de solución ácida y se diluye en 1000 ml con agua, esta solución debe guardarse en frascos de color ámbar agregando un trozo de estaño metálico.

Solución de sulfato ferroso amónico.

Se pesan 84 g de Fe (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O se mezcla con 10 ml de solución ácida y el conjunto se disuelve con agua hasta obtener un volumen de 1000 ml, 10 ml de esta solución contiene aproximadamente 0.1 g de Fe<sup>++</sup>.

Granalla de zinc en partículas de 4 mm a 5 mm. La granalla debe lavarse con solución ácida y después con agua antes de usarse.

Solución de permanganato de potasio al 0,3%. (KmnO<sub>4</sub>).

Ácido sulfúrico concentrado de 95% libre de arsénico.  
(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Solución de Acetato de Plomo al 1% (AcO)<sub>2</sub>Pb

Tiras de papel impregnado con acetato de plomo.

Se cortan tiras de papel filtro cualitativo (ver 8.1.1) de 50 mm por 8 mm y se sumergen en la solución de acetato de plomo al 1%, se escurren y se prensan ligeramente.

Solución de Acetato de Plomo al 5% (AcO)<sub>2</sub>Pb.

Lana de vidrio impregnada de acetato de plomo.

Se sumerge la lana de vidrio en solución de Acetato de Plomo al 5%, se escurre y se prensa ligeramente.

Solución de óxido arsénico que contenga 0.000001g de As/ml. Se disuelve 0.132 g de  $As_2O_3$  en 20 ml de solución de NaOH al 35%; se diluye con 25ml de agua fría hervida recientemente, y se agregan lentamente 10 ml de  $H_2SO_4$  concentrado libre de arsénico.

Se afora a 1000 ml con agua fría hervida recientemente.

Esta solución contiene 0.0001 g de As/ml.

Con una pipeta se toman 10 ml de esta solución, se coloca con un matraz volumétrico de 1000 ml y se afora con agua hervida fría. Se agita. Esta solución contiene 0.000001 g de As/ml.

### 3.2 Montaje del aparato.

3.2.1 Dentro del tubo de 80 mm a 100mm de largo se colocan un trozo de papel filtro y otro de lana de vidrio impregnados de solución de acetato de plomo (ver 8.1.4).

3.2.2 Dentro del tubo de 100 mm a 120 mm de largo se coloca una tira de papel impregnado con bromuro mercurio (ver 8.1.5).

3.2.3 El aparato completo se encuentra descrito en la fig.1

### 3.3 Preparación de los tipos para comparación.

3.3.1 En el matraz Erlenmeyer se coloca: 1ml de la solución de arsénico, 30 ml de la solución ácida, 10 ml de solución de hierro y 20 ml de la solución de  $SnCl_2$ ; se calienta a ebullición y se enfría inmediatamente colocado el matraz en baño de agua.

Se agregan 10 g de granalla de zinc, se monta el aparato completo y se deja reaccionar durante una hora colocando el matraz dentro del baño de agua.

3.3.2 Se prepara un testigo en las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar la solución de arsénico.

3.3.3 Se repite la misma operación agregando las mismas cantidades de reactivos variando los mililitros de solución patrón de arsénico en la siguiente forma: 2, 4, 6, 8 y 10ml.

3.3.4 Una vez que se ha efectuado la reacción, la tira se sumerge en parafina fundida, se deja enfriar y se coloca dentro de un tubo de ensayo, el tubo a su vez se introduce en un frasco ámbar que contenga  $CaCl_2$  anhidro, se tapa y se deja en la oscuridad.

## 4. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

4.1 La muestra se extrae como se indica en la Norma NMX-K-230-1967. Se homogeneiza y se toma 10 g de ácido para la determinación.

4.1.1 Para un contenido de arsénico de 0.00005% ó menos, la determinación se efectúa directamente con 10 g de ácido.

4.1.2 Cuando el contenido sea menor de 0.000001% se toma 100 g de ácido y se concentran hasta un volumen de 5 ml aproximadamente.

4.1.3 Para un contenido de As de 0.0005% ó menor el ácido se diluye a 250 ml y de ahí se toma una alícuota de 25 ml para la determinación.

4.1.4 Para un contenido de arsénico de 0.015% o menor, el ácido se diluye a 500 ml y de ahí se toma una alícuota de 2 ml para la determinación

## 5 PROCEDIMIENTO

### 5.1 Principio

La arsina cuando se pone en contacto con el papel impregnado con bromuro mercurio, forma un compuesto colorido que varia desde el amarillos al café de acuerdo con la cantidad de arsénico presente en el ácido analizado. La determinación se efectúa por comparación con una serie de tiras obtenidas en la misma forma con cantidades conocidas en arsénico.

### 5.2 Determinación

5.2.1 La muestra o la alícuota (4.1.1., 4.1.2., 4.1.3. y 4.1.4) se transfiere al matraz Erlenmeyer de 125 ml (a) (ver fig, 1), se lava perfectamente el frasco o la pipeta con que se toma el ácido, con 10 ml de agua, se agrega la solución de  $KMO_4$  hasta que el color rosado sea persistente y se calienta durante 2 minutos. Se deja enfriar.

5.2.2 Se agregan 10 ml de la solución ácida, 10 ml de la solución de sulfato ferroso amónico y 20 ml de solución de cloruro estanoso. Se calienta a ebullición, se enfría inmediatamente a 20° C sumergiendo el matraz en el baño de agua. Se añaden 10 g de granalla de zinc y se concentra rápidamente los tubos b y c (ver fig. 1)

5.2.3 El aparato se mantiene reaccionando a una temperatura de 20° C o menor durante una hora. Al finalizar el tiempo de reacción se seca la tira, se sumerge en parafina fundida, se deja enfriar y se compara la coloración obtenida con la serie preparada de tipos.

5.2.4 Si el color es más intenso que el de las tiras preparadas, se repite la determinación empleando un volumen más pequeño de ácido

## 6 CALCULOS Y RESULTADOS

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

$$\text{As}\% = \frac{G_a}{G} \cdot 100$$

En donde.

$G_a$  = gramos de arsénico en la muestra analizada.

$G$  = gramos de muestra empleados

En el caso de tomar una alícuota se toma en cuenta en el cálculo.

## 7. REPRODUCCION DE LA PRUEBA

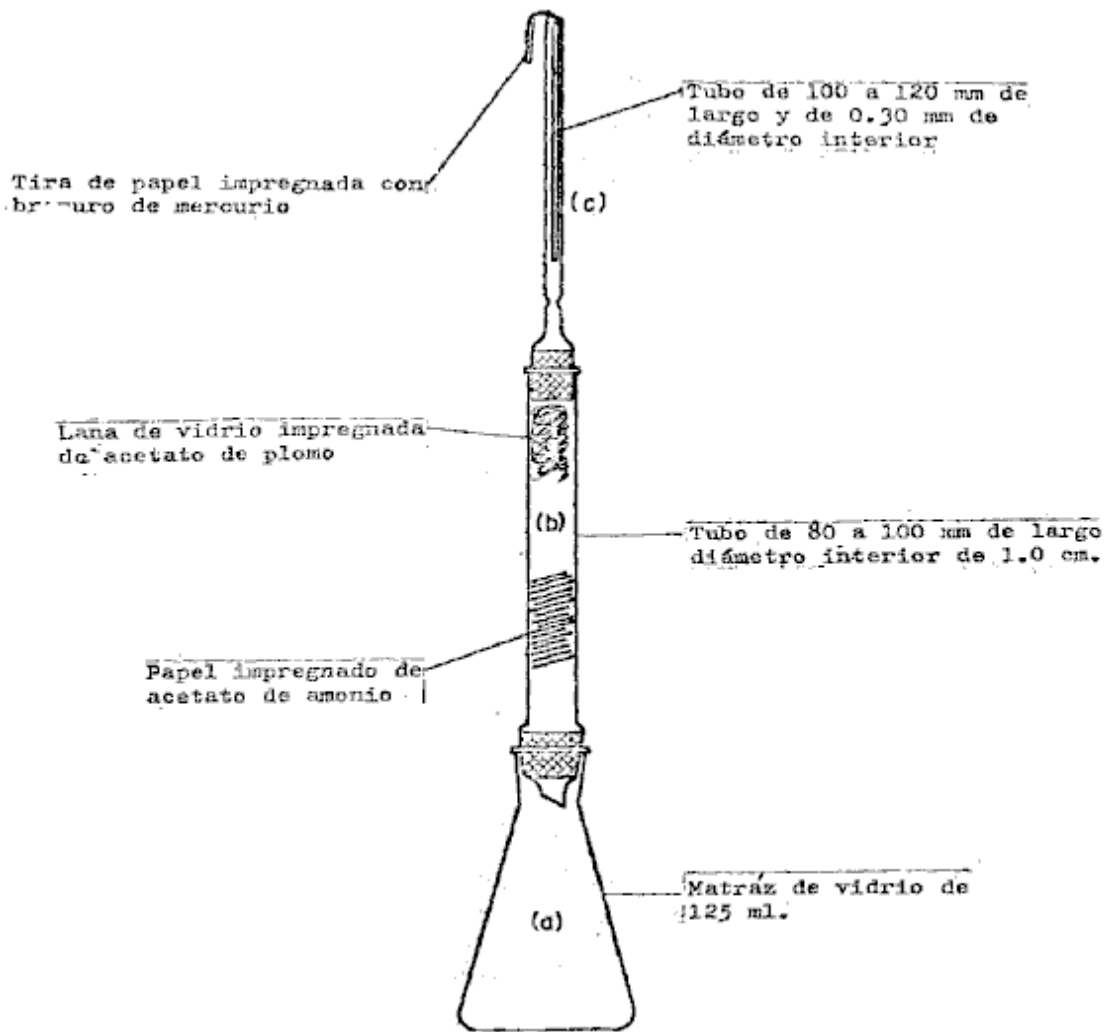
La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe ser mayor de 0.000001% en caso contrario, se recomienda repetir la determinación.

## 8. APÉNDICE

### 8.1 Observaciones

8.1.1 Se recomienda el papel Whatman Núm. 40 ó similar.

FIGURA 1



8.1.2 El papel adecuado para al preparación de las tiras es el papel sueco Núm 0 ó similar.

8.1.3 Es necesario efectuar un control de los reactivos empleados. Los reactivos están libres de arsénico si se reproduce mucha sobre la tira impregnada de bromuro mercúrico después de una hora.

8.1.4 El papel filtro y la lana de vidrio impregnado con solución de acetato de plomo deberán estar perfectamente blancos antes de cada determinación.

8.1.5 La parte de la tira de papel impregnada de  $\text{HgBr}^2$  tocarse con los dedos.

8.1.6 Si se agrega la granalla de zinc sin que la solución se encuentre suficientemente fría (20G C) la reacción es violenta.

## 8.2 Norma de Referencia

NMX-R-50-Norma para la elaboración de Normas.

## 8.3 Bibliografía

Draft Iso Recommendation N° 451 Feb. 1961.

Standard Methode of Chemical Analysis Vol. 1 pág. 118

122 1965 Furman 6a. Ed.

Applied Inorganic Analysis Hillerbrand-Lundell Pág. 269

272 2a. Edic. 1963.

México, D. F., a

EL C. OFICIAL MAYOR..



LIC. FRANCISCO RODRÍGUEZ GOMEZ.



