



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-228-1968

**METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE
CLORUROS EN ACIDO SULFURICO**

CHLORIDES DETERMINATION - IN SULPHURIC ACID

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE CLORUROS EN ACIDO SULFURICO

CHLORIDES DETERMINATION - IN SULPHURIC ACID

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 contados 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 cloruros en ácido sulfúrico.

1.2 El método se aplica cuando la concentración de cloruros varía de 0.0005% a 0.002%.

2 APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g.

Balanza granataria capaz de pesar 0.1 g.

Fotómetro con filtro para 425 m y celdas de 25 mm de espesor.

Matraces aforados de 100 ml con tapones.

Bureta de 50 ml graduada en 0.1 ml.

Equipo usual de laboratorio.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

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

Lana de vidrio fibra media.

Acido nítrico concentrado de 68% libre de cloruros (HNO_3).

Solución de nitrato de plata al 0.1% (AgNO_3).

Solución de permanganato de potasio al 0.1% (KMnO_4).

Solución patrón de cloruro de sodio que contenga 0.0001 g de ion cloruro por ml (NaCl).

Se pesan 1.649 g de NaCl y se colocan en un matraz volumétrico de 1000 ml, se disuelven con 50 ml de agua y se afora hasta la marca con agua. Esta solución contiene 0.001 g de Cl^-/ml .

Se toma una alícuota de 10 ml, se vacía a un matraz aforado de 100 ml y se lleva hasta la marca con agua. Esta solución contiene 0.0001 g de Cl^-/ml

3.2 Preparación de la gráfica de calibración.

3.2.1 De la solución se toman alícuotas de 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, y 5.0 ml y se colocan en matraces volumétricos de 100 ml, a cada uno, se agregan 2 ml de HNO_3 concentrado y 1.0 ml de solución de AgNO_3 al 0.1%, se afora hasta la marca con agua, al mismo tiempo se prepara un testigo con las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar la solución patrón.

3.2.2 Con la solución testigo, se fija el 100% de transmisión del fotómetro empleando celdas de 25 mm de espesor y a 425 m μ .

3.2.3 Se determina el porcentaje de transmisión de cada una de las soluciones preparadas. Se construye la gráfica colocando como abscisas las concentraciones de cloruro y en 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 toman 25 ± 0.1 g para la determinación.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Principio

El método consiste en la medición de la intensidad de luz absorbida por una suspensión de AgCl , en medio ácido.

5.2 Determinación

5.2.1 Se pesan en un vaso de precipitados de 100 ml 25 ± 0.1 g de ácido, si la muestra es colorida se agrega gota a gota solución de KMnO_4 al 0.1%, hasta decoloración y se filtra sobre lana de vidrio recibiendo el filtrado en un matraz aforado de 100 ml. Se lava con agua y se deja enfriar. Se agregan 2 ml de ácido nítrico y 1 ml de solución de AgNO_3 al 0.1 % se afora hasta la marca y se agita.

5.2.2 Se prepara al mismo tiempo un testigo con todos los reactivos pero sin agregar el ácido sulfúrico, el cual servirá para fijar al 100% de transmisión del fotómetro a 425 milimicras, empleando celdas de 25 mμ de espesor.

5.2.3 Se determina el porcentaje de transmisión de la solución que contiene la muestra (ver 8.1.1.) y según los datos obtenidos en la curva de calibración, calcula el contenido de cloruros.

6 CALCULOS Y RESULTADOS

El contenido de cloruros en tanto porciento, se calcula con las siguientes expresión:

$$\% \text{Cl} = \frac{G_1}{G} \times 100$$

Donde:

G_1 = Gramos de ion cloruro en la muestra obtenidos por la curva de calibración.

G_2 = Gramos de ácido sulfúrico empleados en la determinación.

7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe ser mayor de 0.000005%, en caso contrario, se recomienda repetir la determinación.

8 APENDICE

8.1 Observaciones

8.1.1 La medición del porcentaje de transmisión de la solución, debe efectuarse dentro de los primeros 20 minutos después de haber agregado la solución AgNO_3 .

8.2 Bibliografía

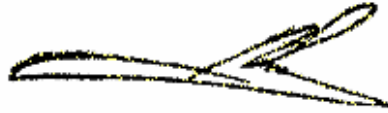
Boltz D.F. Colorimetric Determination of Nonmetals Interscience Publishers pag. 166-168 - 1958.

Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology Interscience Vol. XIV pag. 373-380-1956.

Welcher F.J. Standard Methods Chemical Analysis D. Van Nostrand Co. Vol. II A Pag. 542-1965.

México, D.F., Junio 8, 1968

EL C. OFICIAL MAYOR

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Francisco Rodríguez Gómez', written in a cursive style.

LIC. FRANCISCO RODRIGUEZ GOMEZ.

Fecha de aprobación y publicación: Octubre 22, 1969