



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-231-1968**

**“METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DEL  
RADICAL AMONIO EN ACIDO SULFURICO”**

*“AMMONIUM RADICAL DETERMINATION - IN SULPHURIC ACID”*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

“METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DEL RADICAL AMONIO  
EN ACIDO SULFURICO”

“AMMONIUM RADICAL 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 del radical amonio ( $\text{NH}_4^{\pm}$ ) en ácido sulfúrico.

1.2 El método se aplica cuando el contenido de radical amonio varía de 0.0001 a 0.001%.

2 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g.
- Balanza granataria capaz de pesar 0.1 g.
- Fotómetro y filtro de 425 milimicras.
- Celdas de vidrio de 25 mm de espesor.
- Aparato de destilación de Kjeldahl.
- Matraces aforados de 50 ml, con tapones.
- Bureta de 25 ml de capacidad graduada en 0.1 ml.
- Pipeta de Mohr de 10 ml graduada en 0.1 ml.
- 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.

- Lana de vidrio, fibra media.
- Papel indicador de pH impregnado con solución alcohólica de fenolftaleína al 1 %.
- Solución de hidróxido de sodio al 40%.
- Solución de ácido sulfúrico 0.1 N.
- Solución de fenolftaleína al 1 % en etanol.
- Solución de Nessler. Ver 8.1.1.

Se disuelven 100 g de yoduro mercúrico y 70 de Ioduro de potasio en 100 ml de agua (solución 1).

Se disuelven 160 g de hidróxido de sodio en 700 ml de agua (solución 2).

La solución 1 se vacía lentamente y con agitación continua a la solución 2 fría. Se diluye a un litro con agua y se deja reposar 48 horas, como mínimo antes de usarla. Como sucede una ligera precipitación, esta solución debe decantarse y filtrarse sobre lana de vidrio.

- Solución patrón de sulfato de amonio.

Se pesan 0.9165 g de sulfato de amonio (previamente secado en estufa a 130 °C durante dos horas), se coloca en un matraz de 250 ml y se disuelve con 50 ml de agua, se afora hasta la marca con agua y se mezcla perfectamente.

Esta solución contiene 0.001 g de  $\text{NH}_4 \pm/\text{ml}$ . Con una pipeta se toman 10 ml de esta solución y se vacían en un matraz volumétrico de 1000 ml, se afora hasta la marca con agua. Esta solución contiene 0.00001 g de  $\text{NH}_4 \pm/\text{ml}$ .

#### 3.2 Preparación de la gráfica de calibración.

3.2.1 Se toma una serie de alícuotas de la solución patrón de sulfato de amonio de 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml y se transfieren a matraces aforados de 50 ml, con una bureta se añade a cada matraz 1 ml de la solución de Neesler, (ver 8.1.2.), se afora con agua, y se deja reposar durante 10 minutos.

3.2.2 Se prepara un testigo que contenga la misma cantidad de reactivos, sin agregar la solución patrón.

3.2.3 Con el testigo se fija el 100 % de transmisión del fotómetro, se determina al por ciento de transmisión de las soluciones tipo y del testigo a 425 milimicras

empleando celdas de 25 mm de espesor. Con los datos obtenidos se constituye el gráfica colocando en las abcisas las concentraciones correspondientes al por ciento de transmisión y en las ordenadas los g de radical  $\text{NH}_4^\pm$ .

#### 4 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra se extrae como se indica en la Norma NMX-K-230, en vigor. Se homogeiniza y se toman  $50 \pm 0.1$  g para la determinación.

#### 5 PROCEDIMIENTO

##### 5.1 Principio

El método consiste en alcalinizar una cantidad de ácido con solución concentrada de hidróxido de sodio, el amoniaco se destila y se recibe sobre una solución ácida.

Una alícuota se trata con reactivo Nessler el cual forma con el radical amonio un compuesto complejo coloidal colorido (8.1.3.), la intensidad de la coloración dependerá de la cantidad de  $\text{NH}_4^\pm$  presente y se mide en un fotómetro a 425 milímetros.

##### 5.2 Determinación

5.2.1 Se pesan en un vaso de precipitados  $50 \pm 0.1$  g de ácido por analizar y se transfieran lentamente y con agitación a un matraz de Kjeldahl de 800 ml el cual contiene 200 ml de agua. Se lavan las paredes del vaso con agua. Se enfría el matraz exteriormente usando agua de la llave.

5.2.2 Se añaden 2 ml de solución de fenolftaleina y algunas perlas de vidrio; se agrega poco a poco y enfriando exteriormente con agua de la llave, un volumen suficiente de solución de NaOH al 40% para alcalinizar la solución.

Se conecta el matraz al bulbo de Kjeldahl y el refrigerante y se destila el amoniaco, el cual se recibe en un matraz Erlenmeyer de 500 ml que contiene 25 ml de solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 N y 25 ml de agua. Se destila hasta un volumen de 150 ml. Con el papel impregnado de fenolftaleina se prueba una gota del destilado para ver si el amoniaco ha destilado totalmente.

5.2.3 Se prepara un testigo (control de la destilación), empleando las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar el ácido.

5.2.4 El destilado se coloca en un matraz volumétrico de 250 ml y se afora con agua. Se toma una alícuota de 25 ml y se transifiere a un, matraz aforado de 50 ml Se agrega 1.0 ml de la solución de Nessler se afora con agua, se agita y se deja reposar 10 minutos.

5.2.5 A partir del destilado testigo se prepara una solución con las mismas cantidades de reactivos.

5.2.6 Se fija el 100 % de transmisión del fotómetro con el testigo preparado y se determina el porcentaje de transmisión de la solución que se está probando a 425 milimicras empleando en todos los casos celdas de 25 mm de espesor. De acuerdo con la gráfica de calibración se determinan los gramos de  $\text{NH}_4\pm$  en la muestra.

## 6 CALCULOS Y RESULTADOS

El contenido de  $\text{NH}_4\pm$  en el ácido en tanto por ciento se calcula con la siguiente expresión.

$$\text{NH}_4\pm \% = \frac{G_1 - V}{G_2} \times 100$$

Donde:

$G_1$  = Peso del  $\text{NH}_4\pm$  obtenidos en gramos según la gráfica de calibración.

$G_2$  = Peso del ácido en gramos.

V = Relación del volumen total de solución, al volumen de la alícuota.

## 7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA.

La diferencia máxima permisible entre determinación afectadas 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 solubilidad del reactivo es mejor cuando la relación  $\text{Hg I}_2 / \text{KI}$  es de 1.43/1.00.

8.1.2 Las impurezas de los reactivos, la estabilidad del reactivo preparado, si la concentración de NaOH es menor de 0.15 N ó cuando excede a 0.6 N, en la solución a la que se le va a determinar el porcentaje de transmisión, las temperaturas elevadas, la forma de agregar el reactivo y el tiempo de desarrollo del color son aspectos que deben controlarse cuidadosamente para obtener resultados satisfactorios.

8.1.3 Las interferencias más comunes son la coloración amarilla o verde y turbidez debida a compuestos orgánicos o solo turbidez que es causada por iones insolubles en solución alcalina precipitados con yodo y mercurio los más comunes son: Mg, Mn, Fe y S.

8.1.4 En caso de que con la alícuota de 25 ml se obtenga un porcentaje de transmisión considerablemente mayor al correspondiente a 50 microgramos es recomendable tomar una alícuota de 10 ml.

8.2 Normas de Referencia


Draf ISO-Recomendation No. 451.

NMX-R-050

8.3 Bibliografía

Colorimetric Determination of Nonmetals. D.F. Boltz Interciance Publishers pags. 84-93 -1958.

México, D.F., Abril 6,1968  
EL C. OFICIAL MAYOR

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'FRANCISCO RODRIGUEZ GOMEZ', with a stylized flourish at the end.

LIC. FRANCISCO RODRIGUEZ GOMEZ.  
Fecha de aprobación y publicación: Septiembre 28, 1968