



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-270-1983

**PRODUCTOS QUIMICOS - HIDROXIDOS DE SODIO - CALCIO,
MAGNESIO Y ESTRONCIO - METODO DE PRUEBA**

*CHEMICAL PRODUCTS - SODIUM HYDROXIDE - CALCIUM,
MAGNESIUM AND STRONTIUM - METHOD OF TEST*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma, participaron los siguientes Organismos:

SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.

SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO. DIRECCION GENERAL DE SERVICIOS AL CONTRIBUYENTE.

CLORO DE TEHUANTEPEC, S.A. DE C.V.

CELANESE MEXICANA, S.A.

PENNWALT, S.A. DE C.V.

PENNWALT DEL PACIFICO, S.A.

SOSA TEXCOCO, S.A.

INDUSTRIAS QUIMICAS DEL ISTMO, S.A.

COMITE CONSULTIVO NACIONAL DE NORMALIZACION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.

PRODUCTOS QUIMICOS - HIDROXIDOS DE SODIO - CALCIO, MAGNESIO Y
ESTRONCIO - METODO DE PRUEBA

CHEMICAL PRODUCTS - SODIUM HYDROXIDE - CALCIUM, MAGNESIUM
AND STRONTIUM - METHOD OF TEST

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método para determinar calcio, magnesio y estroncio en hidróxido de sodio grado industrial.

2 REFERENCIAS

Esta la norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-K-456Hidroxido de sodio grado industrial- Muestreo y toma de muestra.

3 FUNDAMENTO

Esta método se basa en la titulación complejométrica del Ca^{++} , Mg^{++} y Sr^{++} previa precipitación del calcio y magnesio con 8-hidroxiquinoleína usando como indicador eriocromo negro T y titulado con solución valorada de la sal disódica del ácido etilen diamino tetraacético.

Se titula primero la dureza total (Ca, Mg y Sr) y luego el calcio usando murexida (purpurato de amonio) como indicador.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

4.1.1 Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada:

- Solución de sal disódica del E.D.T.A. 0.01 N
- Acido nítrico Q.P. de peso específico 1.42
- Solución reguladora
- Eriocromo negro T en solución alcohólica al 0.02 %
- Murexida (purpurato de amonio) en solución alcohólica al 0.02% - Hidróxido de amonio Q.P.

- Papel tornasol azul
- Solución de cianuro de potasio al 2%
- Hidróxido de sodio 0.5 N
- Cloruro de amonio Q.P.
- Cloruro de magnesio 0.01 N
- Acido acético Q.P.
- Acido clorhídrico Q.P.
- Solución de 8-hidroxiquinoleína

4.1.2 Preparación de reactivos

4.1.2.1 Solución reguladora

Pesar 50 g de cloruro de amonio, pasar a un matraz volumétrico de 1000 cm³ agregar 350 cm³ de hidróxido de amonio concentrado, agitar y aforar con agua destilada.

4.1.2.2 Solución de 8-hidroxiquinoleína

Colocar 1.025 g de 8-hidroxiquinoleína Q.P. en matraz volumétrico de 100 cm³ y agregar 3 cm³ de acético Q.P., agitar hasta homogeneización y aforar con agua destilada.

4.2 Materiales

- Microbureta de 1 a 5 cm³
- Cápsula de porcelana No. 4
- Vasos de precipitados de 100 y 250 cm³
- Embudo de vidrio para filtrar
- Bureta de 25 cm³
- Papel filtro libre de cenizas y porosidad fina
- Agitador de vidrio
- Material común de laboratorio

5 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica con ± 0.0001 g de sensibilidad
- Balanza granataria
- Potenciómetro

6 MUESTRA Y TOMA DE MUESTRA

Extraer la porción de muestra por analizar de acuerdo a la Norma NMX-K-456 (véase 2).

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Determinación de calcio y magnesio

7.1.1 Pesar dos muestras de 15.0 ± 0.1 g para analizar, en vasos de 250 cm^3 , agregar 25 cm^3 de agua destilada y neutralizar con ácido nítrico Q.P. usando papel tornasol azul. Enfriar la solución.

7.1.2 Agregar a uno de los vasos del paso anterior solución reguladora, hasta que el color del papel tornasol cambie a azul. Pasar la solución con una cápsula de porcelana, enjuagar tres veces el vaso con pequeñas porciones de agua y recibir los lavados en la misma cápsula.

7.1.3 Agregar 3 cm^3 de cianuro de potasio al 2%, ajustar su pH a 10 con solución reguladora, usando el potenciómetro. Agregar un cm^3 de solución de eriocromo negro T y titular con solución de la sal disódica del E.D.T.A. 0.01 hasta que el color cambie de rojo vino a azul claro.

N Anotar la titulación como V1 (dureza total).

7.1.4 Agregar a la solución del segundo vaso hidróxido de sodio 0.5 N hasta obtener un pH de 12.0 comprobando con el potenciómetro. Una vez ajustado el pH para la solución a una cápsula de porcelana enjuagado el vasos con tres pequeñas porciones de agua destilada y recibir los lavados en la cápsula.

7.1.5 Agregar un cm^3 del indicador murexida y titular con solución de la sal disódica del E.D.T.A. 0.01 N hasta que el color cambie a violeta. Anotar la titulación como V2 (calcio).

7.2 Determinación de estroncio

7.2.1 Colocar 15.0 ± 0.1 g de solución de hidróxido de sodio al 50% o su equivalente en hidróxido de sodio sólido en un vaso de precipitados de 250 cm^3 y agregar 25 cm^3 de agua destilada, homogeneizar y dejar enfriar.

7.2.2 Neutralizar con ácido clorhídrico Q.P. usando papel tornasol, enfriar y alcalinizar ligeramente con hidróxido de amonio.

7.2.3 Agregar un cm^3 de solución 8-hidroxiquinoleína, agitar y dejar reposar 10 minutos, filtrar con papel filtro, recibiendo a una cápsula de porcelana No. 4 el filtrado; enjuagar el vaso de precipitados y lavar el papel filtro con tres pequeñas porciones de agua destilada que contengan unas gotas de amoniaco.

7.2.4 Colocar 5 cm^3 de cloruro de magnesio 0.01 N en un vaso de precipitados de 100 cm^3 , añadir una gotas de del indicador eriocromo negro T y dos gotas de hidróxido de amonio. Titular el contenido del vaso en precipitados con solución de la sal disódica del E.D.T.A. 0.01 N hasta que el color cambia a azul violeta.

7.2.5 Agregar la solución del vaso de precipitados al contenido de la cápsula de porcelana del paso 7.2.3, ajustar el pH a 10 con solución reguladora.

7.2.6 Agregar la cápsula de porcelana 0.2 g de cianuro de potasio Q.P. y cuatro gotas de eriocromo negro T. Titular esta solución con la solución de la sal disódica del E.D.T.A., al punto final se obtiene cuando la solución cambie de color rojizo a azul violeta, anotar la titulación como V_3 .

8 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de calcio, magnesio y estroncio en la muestra se calcula con las siguientes fórmulas expresadas en por ciento.

$$\% \text{ de calcio} = \frac{0.02 V_2}{15.0}$$

$$\% \text{ de magnesio} = \frac{[V_1 - (V_2 + V_3)] 0.01216}{15.0}$$

$$\% \text{ de estroncio} = \frac{0.0438 V_3}{15.0}$$

En donde:

$V_1 = \text{cm}^3$ de solución de sal disódica del E.D.T.A. 0.01 N usados en la titulación con eriocromo negro T (dureza total).

$V_2 = \text{cm}^3$ de solución de sal disódica del E.D.T.A. 0.01 N usados en la titulación con murexida (calcio).

$V_3 = \text{cm}^3$ de solución de sal disódica del E.D.T.A. 0.01 N usados en la titulación del estroncio.

9 REPETIBILIDAD

La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicación no debe ser mayor de 0.0005% en el caso del calcio de 0.0005% en el caso del magnesio, en el caso del estroncio no debe ser mayor del 10% del valor promedio, en caso contrario se recomienda repetir las determinaciones.

APENDICE A

A.1 El punto final de la titulación del calcio también se puede obtener empleando el indicador "ácido calcón carboxílico", cuya fórmula es la siguiente:

Acido 2-hidroxi-1(2'-hidroxi-4'-sulfonaftil-1'azo) naftalin carbónico.

A.1.1 Preparación: Mezclar 1 g del indicador con 99 g del sulfato de sodio anhidro.

A.1.2 Usar de 0.2 a 0.4 g de la mezcla.

A.1.3 Vire de rojo a azul.

10 BIBLIOGRAFIA

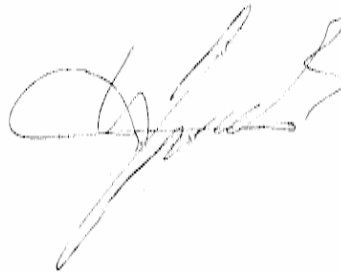
-NMX-Z-013-1977 Guía para Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas.

-EDTA Tritations H.A. Flaschka
Pergamon - 1959
London, England

-Celanese Mexicana, S.A. - Procedimiento analítico No. M 3 E00 126
Fecha: 4 de Marzo de 1981.

México., D.F., Noviembre 29, 1983

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.

Fecha de aprobación y publicación: Diciembre 5, 1983

Esta Norma cancela a las: NMX-K-270-1981 y NMX-K-271-1981