



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-272-1981

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE MANGANESO

SODIUM HYDROXIDE - DETERMINATION OF MANGANESE

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.

LABORATORIO CENTRAL.

SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.

DIRECCION DE SERVICIOS AL CONTRIBUYENTE.

FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

CELANESE, MEXICANA, S.A.

PENNWALT DEL PACIFICO, S.A.

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

CELULOSA Y DERIVADOS, S.A.

INDUSTRIAS QUIMICAS DEL ITSMO, S.A.

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE MANGANESO

SODIUM HYDROXIDE - DETERMINATION OF MANGANESE

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el método para determinar el manganeso en hidróxido de sodio grado industrial.

El método se aplica cuando el contenido de manganeso varía de 0.00001% a 0.0001%.

2 REFERENCIA

Esta norma se complementa con las vigentes de las siguientes Normas Mexicanas:

NNX-K-456 Hidroxido de sodio grado industrial; muestreo, toma de muestras y preparación para su análisis.

3 PRINCIPIO

El método consiste en extraer el manganeso utilizando la solución de 8-hidroxiquinoleina y la oxidación posterior del manganeso a permanganato, cuya intensidad de la coloración se mide en un espectrofotómetro o fotocolorímetro con filtro adecuado a 525 nanómetros.

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.

-Acido sulfúrico concentrado

-Acido clorhídrico concentrado

-Hidróxido de amonio concentrado

-Acido nítrico concentrado

-Acido perclórico concentrado

- Acido fosfórico concentrado
- Peryodato de potasio
- Solución de sulfito de sodio al 10%
- Solución de 8-hidroxiquinoleína al 1 %
- Solución de hidróxido de amonio 1:1
- Solución de ácido clorhídrico 1:2
- Mezcla de extracción (véase 4.1.2.1)
- Solución de permanganato de potasio que contenga 0.00001 g de Mn/cm³
- Agua fija (Véase 4.1.2.4)

4.1.2 Preparación de reactivos

4.1.2.1 Mezcla de extracción

Mezclar 1000 cm³ de tetracloruro de carbono redestilado con 500 cm³ de cloroformo (almacenar en un frasco de color obscuro).

4.1.2.2 Solución de 8-hidroxiquinoleina al 1 %

Disolver 1 g del reactivo en 60 cm³ de etanol al 95% diluir a 100 cm³ con agua.

4.1.2.3 Solución patrón de permanganato de potasio que contenga 0.00001g de Mn/cm³.

Determinar la masa de 0.2877 g de permanganato de potasio en un vidrio de reloj y colocarlo en un vaso de precipitados de tamaño adecuado. El vidrio de reloj lavarlo con un chorro de agua que caiga adentro del vaso. Añadir 150 cm³ de agua y agitar con una varilla de vidrio hasta que se haya disuelto completamente el sólido.

Agregar 500 cm³ de agua y 50 cm³ de ácido nítrico. Calentar a ebullición en una parrilla eléctrica (usar una barra de hervir), adicionar lentamente y con agitación 5 g de peryodato de potasio, dejar hervir cinco minutos más.

La solución dejarla enfriar, posteriormente transferirla a un matraz volumétrico de 1000 cm³; el vaso lavarlo varias veces con pequeñas porciones de agua, pasando estos lavados al matraz, aforar con agua y agitar bien hasta homogeneizar la mezcla.

Con una pipeta tomar una alícuota de 25 cm³, transferir a un matraz volumétrico de 250 cm³; aforar con agua y agitar. Esta solución contiene 0.00001 g de Mn/cm³.

4.1.2.4 Agua fija

En un vaso de precipitados de 1500 cm³ agregar 1000 cm³ de agua, 50 cm³ de ácido sulfúrico concentrado y 20 cm³ de ácido fosfórico concentrado.

Hervir ésta mezcla durante cinco minutos, usando una barra de hervir y agregar poco a poco 5 g de peryodato de potasio; continuar hirviendo durante diez minutos y dejar enfriar.

4.2 Materiales

- Papel tornasol
- Embudo de separación de 500 cm³
- Matraces volumétricos de 100, 250 y 1000 cm³
- Probetas graduadas de 10, 25, 50, 100 y 1000 cm³
- Pipetas volumétricas de 1, 3, 5, 10, 20 y 25 cm³
- Vidrio de reloj
- Vasos de precipitados de 250, 400 y 1500 cm³
- Agitador de vidrio

5 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica con ± 0.0001 g de sensibilidad
- Balanza granataria con 0.1 g de sensibilidad.
- Espectrofotómetro o fotocolorímetro con filtro y celda adecuados.
- Barra de hervir
- Parrilla eléctrica
- Equipo común de laboratorio

NOTA: Todo el equipo de laboratorio empleado en esta determinación debe lavarse con ácido nítrico caliente y enjuagarse con agua destilada.

6 CURVA DE CALIBRACION

6.1 De la solución patrón que contiene 0.00001 g de Mn/cm³, tomar alícuotas de 1, 3, 5, 10 y 20 cm³; colocarlas en matraces volumétricos de 100 cm³ y aforar con agua fija.

6.2 Al mismo tiempo preparar un testigo al cual no se ha agregado la solución patrón.

6.3 Con el testigo ajustar el aparato a 100 % de transmitancia y determinar el porcentaje de transmitancia de cada una de las soluciones preparadas.

Con los resultados obtenidos construir la graficar de calibración.

TABLA 1

cm ³ de solución del paso 6.1	Volumen final con agua fija	Gramos de Mn por 100 cm ³
0	100	0
1	100	0.00001
3	100	0.00003
5	100	0.00005
10	100	0.00010
20	100	0.00020

7 MUESTRA Y TOMA DE MUESTRA

Extraer la porción de muestra por analizar de acuerdo a la NOM-K-456 (véase 2), tomando 50 ± 0.1 g para la determinación.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 En un vaso de precipitados de polietileno de 400 cm³, determinar la masa de 50 ± 0.01 g de la muestra problema y diluir con 50 cm³ de agua. Mezclar bien e introducir una tira de papel tornasol en el vaso (que contiene la solución problema).

Adicionar ácido clorhídrico concentrado con mucho cuidado (enfriando exteriormente el vaso de precipitados), hasta que la solución sea ligeramente ácida al cambiar el papel tornasol a color rojo (véase A.1).

8.2 Si es necesario dejar enfriar y agregar con agitación continua 1 cm³ de solución de sulfito de sodio al 10% 5 cm³ de solución de 8-hidroxiquinoleínaal 1% y 15 cm³ de hidróxido de amonio concentrado.

La solución resultante transferirla a un embudo de separación de 500 cm³, agregar 25 cm³ de la mezcla de extracción de separación ya antes mencionado, tapan el embudo y agitar vigorosamente durante treintasegundos, abriendo la llave varias veces para descargar la presión que se desarrolla en el interior del embudo.

NOTA: Abrir la llave sólo cuando el contenido esté en el extremo opuesto del embudo.

8.3 Dejar el embudo en reposo, hasta que las dos capas se separen, transfiriéndose la capa inferior a un segundo embudo de separación de 500 cm³. Repetir el paso 8.2 dos veces más. juntando los extractos en el segundo embudo de separación.

8.4 Agregar 35 cm³ de ácido clorhídrico 1:2 en el segundo embudo de separación, agitar vigorosamente y dejar en reposo hasta que las dos capas se separen.

8.5 Descartar la capa inferior y recibir la capa superior en un vaso de precipitados de 250 cm³, agregar 10 cm³ de ácido nítrico concentrado y 8 cm³ de ácido perclórico concentrado.

8.6 Hervir el contenido del vaso hasta el desprendimiento de humos densos y blancos, continuar la evaporación hasta que el volumen se reduzca hasta unos 5 cm³ (usar una barra de hervir).

8.7 Retirar el vaso de la parrilla y dejar enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente; agregar 75 cm³ de agua y 10 cm³ de ácido fosfórico concentrado y poner a hervir ésta mezcla durante un minuto, sin retirarlo del calentamiento agregar al vaso de 0.5 a 1.0 g de peryodato de potasio (poco a poco) dejar continuar la ebullición durante veinte minutos, retirar el vaso de la parrilla, dejar enfriar e inmediatamente transferir cuantitativamente el contenido a un matraz volumétrico de 10 cm³ y aforar hasta la marca con agua fija. Agitar hasta homogeneización.

8.8 Ajustar el cero del espectrofotómetro con agua fija a 525 nm o el fotocolorímetro con agua fija usando una celda y filtro verde (la lectura debe efectuarse con la celda de 40 mm).

8.9 Enjuagar la celda con una parte de la solución del matraz, llevar la celda con la solución y efectuar la lectura con el espectrofotómetro o fotocolorímetro y anotar ese dato como L.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

La lectura obtenida en el inciso 8.9 llevarla a la curva de calibración para transformarse en gramos de manganeso por 100 cm³ de solución.

La cantidad en gramos obtenida se multiplica por dos y se obtiene el por ciento de manganeso.

Ejemplo:

L = 5

gramos de manganeso

según gráfica para

esta lectura = 0.00005 (véase TABLA 1)

$$0.00005 \times 2 = 0.0001 \text{ \% de manganeso}$$

10 REPETIBILIDAD

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor de 0.000005 % del valor promedio de todas las determinaciones, en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

APENDICE A

A.1 Conviene enfriar la solución para evitar posibles proyecciones al agregar el ácido clorhídrico.

11 BIBLIOGRAFIA

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

NOM-K-272-1986 Método de prueba para la determinación de manganeso en soluciones de hidróxido de sodio.

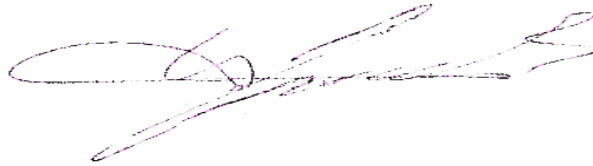
Especificación No. M3E-00-129

Fecha: 81-07-30

Planta Zacapu

Celanese Mexicana, S.A

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS COMERCIALES
DE LA SECRETARIA DE COMERCIO.



LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Enero 22, 1982