



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-273-1981

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE NIQUEL

SODIUM HIDROXIDE - DETERMINATION OF NICKEL

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

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

SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIAL AZUCARERA.

SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.-
LABORATORIO CENTRAL.

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

PETROLEOS MEXICANOS.

COMISION NACIONAL DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.

CELANESE MEXICANA , S.A.

SOSA TEXCOCO, S.A.

CELULOSA Y DERIVADOS, S.A.

AYOTLA TEXTIL, S.A.

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE NIQUEL

SODIUM HYDROXIDE - DETERMINATION OF NICKEL

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

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

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

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

3 FUNDAMENTO

Este método fotocolorimétrico se basa en la reacción de la dimetil-glioxima y el níquel contenido en el hidróxido de sodio en un medio amoniacal dando una coloración rojiza formada por el complejo níquel-diacetil-dioxima.

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 clorhídrico concentrado

-Hidróxido de amonio concentrado

-Cloroformo

-Solución de ácido clorhídrico 0.5 N.

-Solución saturada de agua de bromo

-Solución de citrato de sodio al 10 %

-Solución de dimetil-glioxima al 1% en alcohol etílico

-Solución estandar de níquel ($1 \text{ cm}^3 = 0.001 \text{ mg de Ni}$)

-Solución de hidróxido de amonio 1:50

-Papel tornasol

-Solución de cloruro de sodio 300 g/L

4.1.2 Preparación de reactivos

4.1.2.1 Solución saturada de agua de bromo

Medir 1.500 cm³ de agua colocándolos en un vaso de precipitados de 2000 cm³, vertir el contenido de una ampollita de bromo (50 cm³); efectuar esta operación bajo una campana con extractor de gases, agitar la solución hasta completa saturación.

4.1.2.2 Solución de citrato de sodio al 10%

Determinar la masa de 10 ± 0.1 g de citrato de sodio. Pasarlos a un matraz volumétrico de 100 cm³ y aforar con agua.

4.1.2.3 Solución estándar de níquel

Determinar la masa exactamente de 0.4952 g de Ni (NO₃)₂ · 6 H₂O, se colocan en un matraz volumétrico de 1000 cm³ y se afora con agua. De esta solución se toma una alícuota de 10 cm³, se diluye en un matraz aforado de 1000 cm³ y se afora con agua.

Esta solución contiene 1 cm³ = 0.001 mg de Ni.

4.2 Materiales

-Probeta graduada de 1000 cm³

-Pipetas graduadas de 1, 5 y 10 cm³

-Pipetas volumétricas de 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25, y 50 cm³

-Filtro azul para fotocolorímetro (445 nm)

-Embudos de separación de 125 cm³

-Vasos de precipitados de 250 cm³

-Matraces aforados de 100 cm³ y 1000 cm³

-Material común de laboratorio.

5 APARATOS Y EQUIPOS

Balanza analítica con ± 0.0001 g de sensibilidad.

Espectrofotómetro o fotocolorímetro.

Cronómetro.

6 CURVA DE CALIBRACION

6.1 Utilizar una serie de seis vasos de precipitados de 250 cm³ y agregarles a cada uno de ellos 15 cm³ de solución de cloruro de sodio de 300 g/L, uno de ellos será el testigo y a los cinco restantes añadirles alícuotas de la solución de nitrato de níquel, que contiene 0.000001 g Ni/cm³ de 1, 5, 10, 25 y 50 cm³ equivalentes a 0.001, 0.005, 0.025 y 0.05 mg de Ni.

6.2 Añadirles 75 cm³ de agua.

6.3 Colocar en cada vaso una tira de papel tornasol.

6.4 Agregar ácido clorhídrico a la serie de vasos hasta que se tenga un medio ácido, poner de 4 a 5 gotas más en exceso de ácido clorhídrico 0.5 N.

6.5 Adicionar a cada uno de la serie de vasos de precipitados 5 cm³ de solución de citrato de sodio al 10%.

6.6 Agregar a cada uno de los vasos de la serie, hidróxido de amonio concentrado hasta cambio de color del papel tornasol.

6.7 Medir 2 cm³ de la solución de dimetil-glioxima al 1% y verterlos a cada uno de los vasos que forman la serie.

6.8 Pasar la solución de los vasos de precipitados a una serie de embudos de separación marcados en la misma forma.

6.9 A cada uno de los embudos de separación agregar 10 cm³ de cloroformo.

6.10 Agitar cada uno de los embudos de separación durante medio minuto, dejar reposar; drenar la capa de cloroformo a un nuevo embudo de separación que esté marcado con el mismo número.

6.11 Repetir la extracción con cloroformo por dos o tres veces recolectando el extracto de cloroformo en el embudo donde se recogió la primera extracción.

6.12 Agregar 5 cm³ de solución de hidróxido de amonio 1:50 a cada uno de los embudos que contienen el extracto de cloroformo y agitar los embudos de separación.

6.13 Recibir los extractos de cloroformo en otra serie de embudos de separación.

6.14 A la capa acuosa remanente añadirle 2 cm³ de cloroformo, agitar y dejar reposar hasta separación de capas.

- 6.15 La capa de cloroformo recibirla en el embudo de separación que contiene el extracto de cloroformo.
- 6.16 Agregar 5 cm³ de ácido clorhídrico 0.5 N a cada embudo de separación, agitar fuertemente durante un minuto y dejar separar las capas.
- 6.17 Recibir la capa ácida en un matraz aforado de 100 cm³ que esté marcado con el mismo número que el embudo.
- 6.18 Agregar otros 5 cm³ de ácido clorhídrico 0.5 N al extracto de cloroformo, volver a agitar durante un minuto y dejar reposar hasta que queden separadas perfectamente las capas.
- 6.19 Drenar la capa de ácido al matraz aforado que contiene el primer extracto ácido.
- 6.20 Poner a cada uno de los matraces de la serie. 5 gotas de agua de bromo usando un gotero.
- 6.21 Agregar a la serie de matraces aforados hidróxido de amonio concentrado hasta que la coloración del bromo desaparezca y agregar un exceso de 5 gotas más de hidróxido de amonio.
- 6.22 Medir 0.5 cm³ de solución de dimetil-glioxima al 1% y adicionarlo a cada uno de los matraces de la serie.
- 6.23 Añadir agua hasta el aforo de 100 cm³ a cada matrás; tapar y agitar.
- 6.24 Ajustar el espectrofotómetro o el fotocolorímetro con el testigo.
- 6.25 Tomar las lecturas de las otras seis muestras.
- 6.26 Trazar la curva de calibración de las lecturas obtenidas contra los mg de níquel.

7 MUESTRA Y TOMA DE MUESTRA

Extraer las porciones de muestra por analizar de acuerdo a la norma NMX-K-456 (véase 2).

8 PROCEDIMIENTO

- 8.1 Determinar la masa aproximadamente de 50 gramos \pm 0.0001 de hidróxido de sodio en la balanza analítica.
- 8.2 Agregarle 75 cm³ de agua e introducir una tira de papel tornasol.
- 8.3 Neutralizar con ácido clorhídrico concentrado hasta cambio de color del papel tornasol y agregar de 4 a 5 gotas de ácido clorhídrico 0.5 N en exceso.

- 8.4 Adicionar 5 cm³ de solución de citrato de sodio al 10%.
- 8.5 Agregar hidróxido de amonio concentrado hasta que la solución quede ligeramente alcalina.
- 8.6 Medir 2 cm³ de solución de dimetil-glioxima al 1%.
- 8.7 Vaciar la solución del vaso de precipitados a un embudo de separación de 125 cm³.
- 8.8 Vertir al embudo de separación 10 cm³ de cloroformo, tapar y agitar durante un minuto, dejando reposar el embudo hasta una perfecta separación de capas.
- 8.9 Drenar la capa de cloroformo a un nuevo embudo de separación.
- 8.10 Repetir la extracción con cloroformo 2 ó 3 veces recolectando el extracto de cloroformo en el embudo donde se recogió la primera extracción.
- 8.11 Adicionar 5 cm³ de solución de hidróxido de amonio 1:50 al embudo que contiene el extracto orgánico y agitar el embudo de separación.
- 8.12 Recibir el extracto de cloroformo en otro embudo de separación.
- 8.13 A la capa acuosa remanente añadirle 2 cm³ de cloroformo, agitar y dejar reposar hasta perfecta separación de capas.
- 8.14 La capa orgánica de cloroformo recibirla en el embudo de separación que contiene el extracto de cloroformo.
- 8.15 Medir 5 cm³ de ácido clorhídrico 0.5 N y vertirlos al embudo, agitar fuertemente durante un minuto y dejar reposar hasta la separación de capas.
- 8.16 Recibir la capa ácida en un matraz aforado de 100 cm³.
- 8.17 Agregar otros 5 cm³ de ácido clorhídrico 0.5 al extracto de cloroformo, volver a agitar durante un minuto y dejar reposar hasta perfecta separación de las capas.
- 8.18 Drenar la capa ácida al matraz aforado de 100 cm³ que contiene el primer extracto ácido.
- 8.19 Agregar unas 5 gotas de agua de bromo por medio de un gotero.
- 8.20 Adicionar hidróxido de amonio concentrado hasta que la coloración amarilla desaparezca y agregar un exceso de 4 a 5 gotas más de hidróxido de amonio.
- 8.21 Medir 0.5 cm³ de solución de dimetil-glioxima al 1%.
- 8.22 Añadir agua hasta el aforo de 100 cm³, tapar el matraz y agitar.

8.23 Se prepara un testigo en las mismas condiciones, empleando las mismas cantidades de reactivo pero sin agregar la muestra.

8.24 Ajustar el espectrofotómetro con el testigo y efectuar la lectura de la muestra.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

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

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

En donde:

G_1 = A los gramos de níquel obtenidos por medio de la curva de calibración.

G = A los gramos de muestra empleados.

10 REPETIBILIDAD

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor de 10% del valor promedio de todas las determinaciones.

11 BIBLIOGRAFIA

- NMX-R-050-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las Normas Mexicanas.

- Metodología para la determinación de níquel. Pennwalt del Pacífico, S.A de C.V 1980.

México, D. F. a

EL DIRECTOR GENERAL



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Junio 19, 1981

Esta Norma cancela a la: NMX-K-273-1968