



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-274-1981

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE COBRE

SODIUM HIDROXIDE - DETERMINATION OF COPPER

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

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

- SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.
- COMISION NACIONAL DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.
- SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.
LABORATORIO CENTRAL.
- SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.
DIRECCION DE SERVICIOS AL CONTRIBUYENTE.
- CELANESE MEXICANA, S.A.
- PENNWALT, S.A.
- PENNWALT DEL PACIFICO, S.A.

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE COBRE

SODIUM HIDROXIDE - DETERMINATION OF COPPER

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el método para determinar el cobre en hidróxido de sodio grado industrial. Y se aplica cuando la cantidad de cobre varía de 0.00001 % a 0.0001 %.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

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

3 FUNDAMENTO

Este método se basa en la formación de un complejo colorido entre el cobre y el dietilditiocarbamato de sodio, que es soluble en tetracloruro de carbono. La intensidad de color se mide en un espectrofotómetro o fotocolorímetro a 468 nanómetros y se compara con una serie de testigos con cantidades conocidas de cobre.

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
- Acido nítrico concentrado
- Tetracloruro de carbono bidestilado
- Sulfato de cobre pentahidratado
- Solución de dietilditiocarbamato de sodio al 0.1 %
- Solución de citrato de amonio al 33%
- Solución de azul de timol al 0.1%
- Solución de cloruro de sodio de 250 g/L
- Soluciones de sulfato de cobre que contengan 0.00001 g de Cu/cm³ (Solución A) y 0.000001 g de Cu/ cm³ (Solución B) respectivamente.

4.1.2 Preparación de reactivos

4.1.2.1 Solución de dietilditiocarbamato de sodio al 0.1%.

Disolver 0.5 g de dietilditiocarbamato de sodio en 500 cm³ de agua.

4.1.2.2 Soluciones de sulfato de cobre conteniendo 0.00001 g de Cu/cm³ y 0.000001 g de Cu/cm³ respectivamente.

Sobre un vidrio de reloj determinar la masa de 0.3928 g de sulfato de cobre pentahidratado y transferirlo a un matraz volumétrico de un litro. El vidrio de reloj lavarlo varias veces con agua, vaciar los lavados al matraz; una vez disuelta la sal aforar con agua y agitar. La solución contiene 0.0001 g de Cu/cm³. Tomar una alícuota de 100 cm³ y colocarla en un matraz volumétrico de un litro, aforar con agua. Esta solución contiene 0.00001 g de Cu/cm³ (Solución A).

De la solución A tomar una alícuota de 100 cm³ y aforar con agua a un litro (Solución B). Esta solución contiene 0.000001 g de Cu/cm³.

4.2 Materiales

- Vaso de precipitados de polietileno de 400 cm³.
- Embudo de separación de 125 cm³ con marca para 50 cm³.
- Papel indicador de pH.

5 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica con ± 0.0001 g de sensibilidad
- Balanza granatoria con 0.1 g de sensibilidad
- Espectrofotómetro o fotocolorímetro con filtro para 468 nanómetros.
- Equipo común de laboratorio.

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

6 CURVA DE CALIBRACION

6.1 A una serie de embudos de separación transferir cantidades de ambas soluciones de la siguientes manera:

6.1.1 De la solución B tomar alícuotas de 1, 3, 4, 5 y 10 cm³ y de la solución A tomar alícuotas de 2, 3, 4 y 5 cm³.

6.2 A cada embudo agregar 25 cm³ de una solución de cloruro de sodio de 250 g/L y 5 cm³ de solución de citrato de amonio, cinco gotas de azul de timol y llevar a un volumen de 35 cm³ a 40 cm³ con agua. Adicionar gota a gota hidróxido de amonio hasta que el color cambie de amarillo a azul (Véase A.1) y ajustar el volumen a 50 cm³ con agua preparada de la siguiente manera:

6.2.1 En un vaso de precipitados de 600 cm³ adicionar las siguientes cantidades de ácidos concentrados, 20 cm³ de ácido clorhídrico y 5 cm³ de ácido nítrico; evaporar a sequedad, el residuo recuperarlo con 50 cm³ de agua y determinar la acidez con papel indicador de pH. Si la solución es ácida neutralizar con una gota de hidróxido de amonio.

6.3 A cada embudo agregar 10 cm³ de solución de dietilditiocarbamato de sodio y 10 cm³ de tetracloruro de carbono bidestilado, agitar durante un minuto y dejar reposar veinte minutos (Véase A.2).

6.4 Ajustar el aparato a 100 % de transmitancia con tetracloruro de carbono bidestilado y determinar el por ciento de transmitancia de cada una de las soluciones preparadas en los embudos, drenando una porción de la parte inferior (Tetracloruro de carbono) a la celda. Para vaciar la solución a la celda se emplea un embudo que tiene un trozo de algodón que sirve como filtro.

6.5 Con los datos obtenidos construir la curva de calibración.

7 MUESTRA Y TOMA DE MUESTRA

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

8 PROCEDIMIENTO

8.1 En un vaso de precipitados de 400 cm³ determinar la masa de 10 ± 0.1 g de la solución de hidróxido de sodio por analizar, agregar 30 cm³ de agua destilada y dejar enfriar. Adicionar ácido clorhídrico concentrado hasta que la solución sea ligeramente ácida (Papel indicador de pH).

8.2 Agregar 5 cm³ de ácido nítrico concentrado y calentar a ebullición durante cinco minutos; dejar enfriar.

8.3 Colocar 5 cm³ de solución de citrato de amonio y cinco gotas de la solución de azul de timol; adicionar gota a gota hidróxido de amonio concentrado hasta que el color de la solución cambie de amarillo azul (véase A.1).

8.4 Transferir la solución a un embudo de separación de 125 cm³, enjuagar el vaso dos veces con agua y vaciar en el embudo. Ajustar el volumen a 50 cm³. Agregar 10 cm³ de solución de dietilditiocarbamato de sodio y 10 cm³ de tetracloruro de carbono, agitar un minuto y dejar reposar veinte minutos.

8.5 Drenar la capa inferior del embudo en la celda empleando un embudo pequeño con filtro de algodón.

8.6 Ajustar el aparato a 100 % de transmitancia con tetracloruro de carbono bidestilado y determinar el por ciento de transmitancia de la solución a 468 nanómetros.

8.7 Se recomienda correr una prueba en blanco, para corrección del cobre contenido en los reactivos.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de cobre en la muestra se calcula con la siguiente fórmula expresada en por ciento.

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

En donde:

G_1 = Gramos de cobre obtenidos a partir de la curva de calibración ya corregida, por los gramos de cobre encontrados en el blanco.

G = Masa de la muestra en gramos.

10. REPETIBILIDAD

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor de 0.00002 % del valor promedio de todas las determinaciones.

APENDICE A

A.1 Cuando la coloración del indicador azul de timol cambia de amarillo a azul el pH de la solución es de 9.0 a 9.2, esta alcalinidad y el citrato de amonio evitan que el hierro pueda ser extraído cuando se halla presente en cantidades pequeñas.

A.2 Dejar en reposo durante este tiempo para evitar la interferencia que puede causar el manganeso.

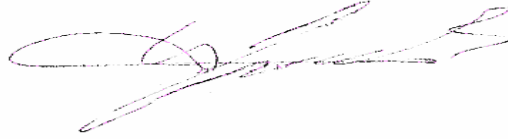
11 BIBLIOGRAFIA

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

- Procedimiento analítico No. M 3E-00-102.

Fecha :80-06-12 CELANESE MEXICANA, S.A.

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS COMERCIALES
DE LA SECRETARIA DE COMERCIO

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Hector Bayardo Moreno', written in a cursive style.

LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Roman Serra Castaños', written in a cursive style.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Noviembre 30, 1981