



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-275-1982

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE CLORATOS

SODIUM HYDROXIDE - DETERMINATION OF CHLORATES

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 DE SERVICIOS AL CONTRIBUYENTE.
- CELANESE MEXICANA, S.A.
- PENNWALT, S.A.
- PENNWALT DEL PACIFICO, S.A.
- INDUSTRIAS QUIMICAS DEL ITSMO, S.A.
- CLORO DE TEHUANTEPEC, S.A DE C.V.
- CELULOSA Y DERIVADOS, S.A.
- SOSA TEXCOCO, S.A.

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE CLORATOS

SODIUM HYDROXIDE - DETERMINATION OF CHLORATES

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método para determinar los cloratos en hidróxido de sodio grado industrial.

2 REFERENCIAS

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

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

3 PRINCIPIO

El método consiste en que una masa determinada de muestra se trata con bromuro de potasio en medio ácido, el cloro que se desprende de esta reacción se recibe en una solución de yoduro de potasio. El yodo liberado en esta solución y el que está presente en el frasco de reacción se titulan juntos con solución valorada de tiosulfato de sodio.

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 Q.P (véase NOTA).
- Bromuro de potasio al 10%
- Yoduro de potasio al 5%
- Tiosulfato de sodio 0.01 N
- Indicador de almidón

NOTA: La calidad del ácido clorhídrico usado en éste análisis debe ser tal que cuando se utilice en análisis de clorato de sodio puro, no se origine viraje del almidón (color azul) después de finalizada la titulación y el error del análisis no sea mayor de 0.5%.

4.2 Materiales

- Vaso de precipitados de 250 cm³
- Botella de 1000 cm³ con tapón de hule
- Tubo de ensayo de 150 mm x 20 mm con tapón de hule
- Embudo de separación de 125 cm³
- Tubo de vidrio de 8 mm
- Sacabocado de 8 mm

5 APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica con ± 0.0001 g de sensibilidad
- Equipo especial (véase fig. No.1).

6 MUESTRA Y TOMA DE MUESTRA

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

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Armar un equipo igual al ilustrado en la fig. No.1.

7.2 Determinar la masa en gramos de la muestra problema (que sean equivalentes a 10 g de hidróxido de sodio base 100%).

7.3 Transferir la muestra problema (7.2) a una botella de 1000 cm³, de boca ancha usando la menor cantidad de agua posible.

7.4 Llenar 3/4 partes del tubo de ensayo con solución de yoduro de potasio al 5%.

7.5 A la muestra problema que está dentro del frasco (7.3) agregarle 20 cm³ de solución de bromuro de potasio al 10%.

7.6 Tapar herméticamente el frasco con el tapón de hule que tenga insertado el embudo de separación de 125 cm³, así como el tubo de ensayo, de tal manera que el aparato quede armado de acuerdo a la fig. No.1.

7.7 Agregar al frasco 120 cm³ de ácido clorhídrico Q.P. a través del embudo de separación. Los gases desprendidos por la reacción, pasan a través del yoduro de potasio.

7.8 Después de agregarle el ácido clorhídrico, debe cerrarse la llave del embudo de separación y dejar que repose por cinco minutos.

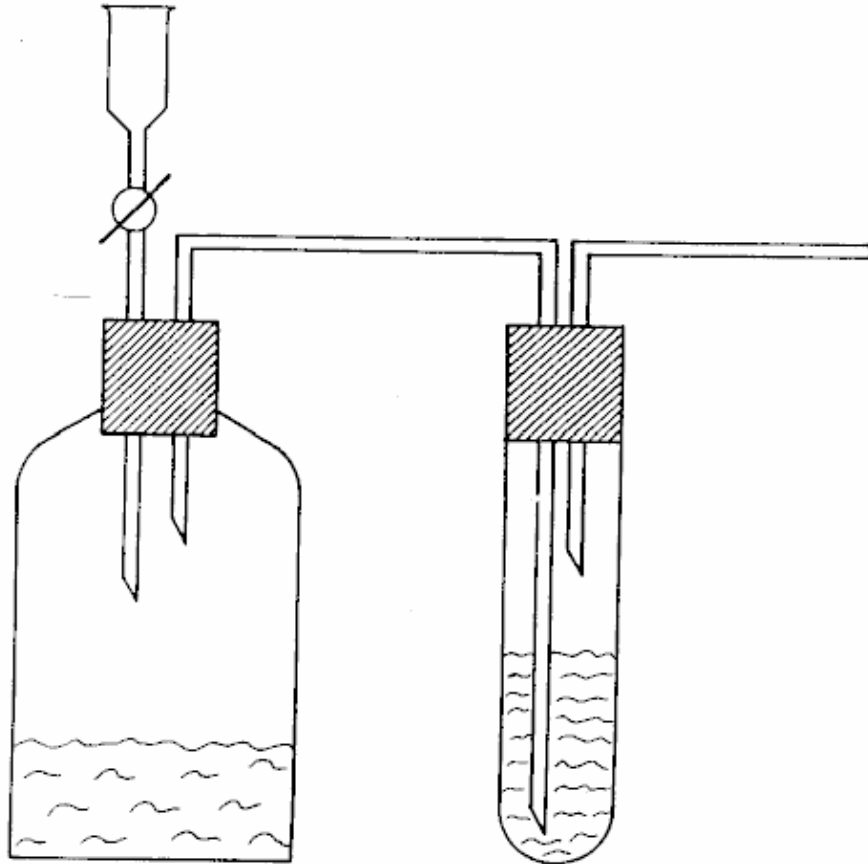


FIGURA 1. HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE CLORATOS

7.9 A través del embudo de separación agregar al frasco agua fría hasta las 3/4 partes de su volumen.

7.10 Cerrar la llave del embudo de separación y poner dentro de él 10 cm³ de yoduro de potasio al 5%.

7.11 Abrir la llave del embudo de separación y a la vez inyectar aire lentamente a través del tubo de salida de gases que tiene colocado el tapón que está en el tubo de ensayo, lo cual hará que la solución de éste pase al frasco de 1000 cm³ y el aire saldrá a través de la solución de yoduro de potasio en el embudo de separación.

7.12 Enjuagar con agua destilada el tubo de ensayo, el conector de tubo de vidrio, el embudo de separación y los tapones de hule, recolectando los enjuagues dentro de la botella de 1000 cm³.

7.13 Titular inmediatamente el contenido de la botella con tiosulfato de sodio 0.01 N empleando solución de almidón como indicador.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de clorato en la muestra se calcula con la siguiente fórmula, la cual da el resultado en por ciento.

$$\% \text{ de NaClO}_3 = \frac{T \times N \times 1.7742}{P}$$

En donde:

T = Centímetros cúbicos de tiosulfato de sodio empleados en la titulación (7.13).

N = Normalidad exacta de la solución de tiosulfato de sodio empleada en la titulación (7.13).

P = Peso de la muestra en gramos (7.2).

9 REPETIBILIDAD

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

APENDICE A

A.1 Las sales férricas, cúpricas y similares que reaccionan con los bromuros y yoduros en solución ácida, se encuentran con los cloratos. En muestras de hidróxido de sodio que contengan las impurezas antes mencionadas en cantidades apreciables se deberán hacer las correcciones necesarias.

10 BIBLIOGRAFIA

- NMX-Z-13-1977 Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas.

- Procedimiento analítico No. M3E 00-648
Celanese Mexicana, S.A.

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

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'H. 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 be 'R. Serra Castaños', written in a cursive style.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Junio 1, 1982
Esta Norma cancela a la: NMX-K-275-1968