



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-422-1976**

**“DETERMINACION DE COBRE, EN ACIDO SULFURICO”**

*“METHOD OF TEST FOR COPPER IN SULPHURIC ACID”*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## PREFACIO

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

- FERTILIZANTES FOSFATADOS MEXICANOS, S.A.
- GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A.
- INDUSTRIAL TECNICA RAYO, S.A.
- MONTERREY CHLORIDE, S.A. DE C.V.
- ASOCIACION NACIONAL DE ACUMULADORES, A.C.

## “DETERMINACION DE COBRE, EN ACIDO SULFURICO”

## “METHOD OF TEST FOR COPPER IN SULPHURIC ACID”

## 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método para determinar cobre, en ácido sulfúrico, cuando el cobre se encuentra entre los límites de 0.00001 y 0.003%.

## 2 REFERENCIAS

NMX-K-002 Norma Mexicana. "Acido Sulfúrico".

NMX-K-230 Norma Mexicana. "Método de Muestreo para Acido Sulfúrico".

## 3 REACTIVOS Y MATERIALES

Todos los reactivos empleados en esta prueba deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua, debe entenderse por destilada.

Disolución patrón de cobre 1 mg de cobre/ml. Pesar 0.5 g de cobre metálico, transferir a un vaso de precipitados de 100 ml, disolver con 10 ml de ácido nítrico 1:1, diluir con agua hasta 50 ml, calentar a ebullición durante cinco minutos para eliminar todos los óxidos del nitrógeno, dejar enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 500 ml, completar el volumen con agua y agitar. Esta disolución también puede prepararse a partir de sulfato de cobre pentahidratado ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), en cuyo caso pesar 1.9640 g, transferir a un matraz volumétrico de 500 ml, disolver con 100 ml de agua y 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, completar el volumen con agua y homogeneizar.

Disolución patrón de cobre de 10  $\mu\text{g}$  de cobre/ml. De la disolución patrón anterior, tomar una alícuota de 5 ml, transferir a un matraz volumétrico de 500 ml, completar el volumen con agua y agitar. Se recomienda emplear una disolución de reciente preparación.

Disolución de citrato de amonio. En un embudo de separación agregar 210 ml de disolución de hidróxido de amonio concentrada (28%), 150 ml de agua, 200 g de ácido cítrico en pequeñas porciones, mientras se agita y enfría, agregar disolución de hidróxido de amonio 1:1 hasta hacerla ligeramente alcalina, después agregar 5 ml de disolución de dietil ditiocarbamato de sodio y extraer las trazas de cobre con 10 ml de cloroformo, agitando durante 1 ó 2 minutos, dejar reposar hasta la completa separación de las fases. Separar las fases, desechando la orgánica y transfiriendo la inorgánica a un matraz volumétrico de 500 ml, completar el volumen con agua y homogeneizar.

Disolución de EDTA; Disolver 10 g de EDTA en 100 ml, de agua. Agitar la disolución hasta que todos los sólidos se hayan disuelto completamente.

Disolución de dietilditio-carbamato de sodio al 0.1 %. Este reactivo, debe conservarse en frasco color ámbar y es estable por lo menos una semana.

Disolución de ácido nítrico 1:1

Disolución de ácido clorhídrico 1:1

Disolución de hidróxido de amonio 1:1

Cloroformo

Disolución indicadora de rojo de cresol al 0.1%

#### 4 APARATOS O INSTRUMENTOS

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g

Mechero de altas temperaturas (ver 9.7)

Embudo de separación

Espectrofotómetro (ver 9.9)

Fotocolorímetro

Celdas (ver 9.6)

Instrumento común de laboratorio

#### 5 PREPARACION DE LA MUESTRA

Ver NMZ-K-230

#### 6 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

De la disolución patrón de 10  $\mu$  g de cobre por ml, tomar alícuotas de 0.25, .50, .75, 1.0, 1.25, 1.50, 1.75, 2.0, 2.25 y 2.50 ml, transferir a vasos de precipitados de 100 ml y proseguir de acuerdo al procedimiento.

Con las lecturas de absorbancia obtenidas se construye una gráfica, colocando los mg de cobre en el eje de las abscisas y las lecturas de absorbancia obtenidas en el aparato, en el eje de las ordenadas.

#### 7 PROCEDIMIENTO

Pesar con aproximación al 0.0001 g una cantidad de muestra tal que contenga aproximadamente 50  $\mu$  g de cobre, tomando como guía la siguiente tabla:

% Cobre en la muestra.	Peso de la muestra, en gramos.	Microgramos de cobre en la muestra.
0.003	0.42	12.5
0.001	1.26	12.5
$5 \times 10^{-4}$	25.00	12.5
$10 \times 10^{-4}$	5.10.00	12.5
$2.5 \times 10^{-4}$	6.25	12.5
$2 \times 10^{-4}$	12.50	12.5
$4 \times 10^{-4}$	8	12.5
$1.5 \times 10^{-4}$	16.00	12.5
$2 \times 10^{-4}$	12.5	12.5
$1.8 \times 10^{-4}$	25.00	12.5
$1.6 \times 10^{-4}$	13.5	12.5
$1.4 \times 10^{-4}$	27.00	12.5
$1.2 \times 10^{-4}$	15.5	12.5
$1.0 \times 10^{-4}$	31.20	12.5
$0.8 \times 10^{-4}$	35.70	12.5
	41.60	12.5
	50.00	12.5
	62.50	12.5

Transferir a una muestra de la cápsula de porcelana o de platino y bajo campana llevar a sequedad el residuo, tratar con 10 ml de ácido clorhídrico 1:1 y transferir cuantitativamente a un vaso de precipitados de 100 ml, con aproximadamente otros 10 ml de agua (ver 9.7). Agregar 5 ml de disolución de citrato de amonio, 10 ml de disolución de EDTA, dos gotas de indicador rojo de cresol y añadir hidróxido de amonio 1:1 hasta el vire del indicador, de amarillo a púrpura (pH aproximado a 8.5). Diluir a 50 ml aproximadamente con agua, enfriar y transferir a un embudo de separación de 125 ml. Agregar 5 ml de disolución de dietil ditiocarbamato de sodio y agitar vigorosamente durante uno o dos minutos con 10 ml de cloroformo, dejar en reposo la disolución para permitir la formación de las dos fases. Transferir la fase orgánica a un matraz volumétrico de 50 ml y llevar a cabo dos extracciones más con porciones de 10 ml de cloroformo, completar el volumen con cloroformo y agitar para homogeneizar la disolución (ver 9.4). Llevar a cabo la medición fotométrica (ver 9.6) ajustando la lectura cero de absorbancia (100% T), con un testigo conteniendo las mismas cantidades de reactivos.

## 8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

### a) Cálculos

$$\% \text{ de cobre} = \frac{\text{mg de Cu leídos en la gráfica}}{P \times 10000}$$

Donde:

P = peso de la muestra, en gramos

### b) Precisión del método

La diferencia entre resultados obtenidos para diferentes porciones de análisis no debe exceder de 0.000002 %

En caso contrario se recomienda repetir la determinación.

## 9 APENDICES

9.1 La extracción del cobre es rápida a un pH de 8.5, arriba de un pH de 9.0 es muy lenta en presencia de demasiado EDTA.

9.2 En la determinación interfieren Fe, Mn, Ni, Co, por lo cual se acomplejan con EDTA, de esta manera los elementos mencionados no interfieren en cantidades menores de 100 mg, en presencia de un gramo de EDTA. Por otra parte los elementos que no interfieren en cantidades menores de 100 mg en presencia o ausencia de EDTA son: Al, As, (III, V), Boratos, Be, Ca, Ba, Cd, Ce (III), Cr (III), Ga, Ge, In, La, Mg, Mo (VI), Pb, Sn (IV), Sb (V), Se (IV, VI), Te (VI), Th, V (VI), W, (VI), Zn y Zr.

9.3 Los disolventes más adecuados para la extracción del complejo de cobre son tetracloruro de carbono y cloroformo, siendo el color de los extractos estable en la obscuridad. Las disoluciones de tetracloruro de carbono, por exposición a la luz, se decoloran, por lo que la determinación se debe llevar a cabo bajo luz artificial; por otra parte las disoluciones de cloroformo son más estables por lo menos 30 minutos bajo luz del día y por varias horas bajo luz artificial. Las disoluciones que se han decolorado por exposición a la luz, pueden recuperar el color por la adición de una disolución Buffer de acetato pH 5.5, conteniendo un poco de dietilditiocarbamato. El cloroformo tiene la ventaja de disolver mayor cantidad del complejo de cobre que el tetracloruro de carbono.

Pero la ligera desventaja que es más volátil y más soluble en agua. Es recomendable por tanto, que las determinaciones se lleven a cabo lo más rápidamente posible.

9.4 En caso de que la separación de la fase orgánica se pase parte de la fase acuosa, se agrega cloruro de calcio o bien se procede a filtrar el extracto a través del papel filtro seco No. 4 o similar.

9.6 Las celdas empleadas, deben ser aquellas que den la máxima sensibilidad en el aparato empleado.

9.7 En caso de que exista residuo insoluble, calentar con llama de un mechero de alta temperatura y si persiste residuo llevar a filtración, después de haber sido lavada la cápsula que contiene la muestra, la muestra con 10 ml de ácido clorhídrico 1:1 se transfiere cuantitativamente a un embudo con papel filtro y se realizan dos lavados con papel filtro en porciones de 10 ml/ de agua cada una, recibiendo el filtrado en un vaso de precipitados de 100 ml y desechándolo el papel filtro con el residuo. La disolución se diluye continuando con el procedimiento.

9.8 En caso de emplearse un fotocolorímetro en esta prueba puede ser el Klett Summerson o similar, con una longitud de onda de 400 a 465 mm.

9.9 El espectrofotómetro empleado en esta prueba puede ser el Spectronic 20  $\mu$ , o similar.

## 10 BIBLIOGRAFIA

E.B. Sandell. Colorimetric Determination of Traces of Metals Interscience Publishers Inc. 1959.

## 11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no concuerda con ninguna, por no existir Norma Internacional.

Fecha de aprobación y publicación: Septiembre 22, 1976