



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-423-1976

“DETERMINACION DE MANGANESO, EN ACIDO SULFURICO”

“METHOD OF TEST FOR MANGANESE IN SULPHURIC ACID”

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

Esta norma fue estudiada y aprobada por los Organismos que a continuación se indican:

- GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A.
- ROBERTO DIENER Y COMPAÑIA, S.A.
- ASOCIACION NACIONAL DE FABRICANTES DE
- ACUMULADORES, S.A.
- ACUMULADORES GARCO, S.A.
- MONTERREY CHLORIDE, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIA TECNICA RAYO, S.A.

“DETERMINACION DE MANGANESO, EN ACIDO SULFURICO”

“METHOD OF TEST FOR MANGANESE IN SULPHURIC ACID”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método para determinar Manganese, en ácido sulfúrico.

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 manganese

Disolver 0.406 g de sulfato de manganese tetrahidratado, en un litro de agua. Tomar 100 ml y diluir a 1000 ml con agua. Un ml de esta disolución contiene 0.00001 g de manganese.

Disolución Oxidante

Mezclar 250 ml de ácido nítrico concentrado, 60 ml de ácido fosfórico concentrado y 2.5 g de peryodato de potasio y diluir a un litro con agua.

Nitrato de amonio sólido.

4 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

De la disolución patrón de manganese tomar 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, y 10 ml y llevar a matraces de 250 ml y agregar 0.5 ml de ácido sulfúrico concentrado a cada uno. Agregar 70 ml de disolución oxidante y determinar las concentraciones de manganese según se describe en el procedimiento.

Al mismo tiempo corre una disolución de referencia, obteniendo solamente al agregar disolución patrón de manganese.

5 APARATOS O INSTRUMENTOS

- Balanza analítica con sensibilidad de 0.1 g
- Espectrofotómetro
- Celdas tales que su espesor dé una absorbancia de 50% mínimo, en la curva de calibración. Tubos de Nessler de 50 ml de capacidad y 30 cm de longitud.
- Instrumentos usuales de laboratorio.

6 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

Ver NMX-K-230

7 PROCEDIMIENTO

En una cápsula de porcelana o de platino, pesar al 0.1 g, 100 g de ácido, evaporar hasta el volumen sea reducido a 0.5 ml, si contiene material orgánica que origina coloración, agrega nitrato de amonio sólido o hasta desaparición del color. Dejar enfriar, diluir con 10 ml de agua, agrega 70 ml de disolución oxidante, llevar a ebullición durante 4 minutos y enfriar rápidamente.

Transfiere el contenido a otro matraz volumétrico de 100 ml, completar el volumen con agua y mezclar perfectamente.

Determinar el manganeso en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 500a 540 mm.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 Cálculos

La concentración de manganeso se calcula haciendo la comparación de la lectura obtenida en el espectrofotómetro, con la gráfica de la curva de calibración.

$$\% \text{ de Mn} = \frac{\text{Microgramos de Mn en la curva.}}{\text{Peso de la muestra} \times 1000}$$

8.2 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 METODO ALTERNATIVO

9.1 Procedimiento

Pesar con precisión de 0.1 g, 100 g de muestra y evaporar hasta que el volumen sea de 0.5 ml.

Si contiene material orgánica que origina coloración agrega nitrato de amonio sólido hasta desaparición del color. Dejar enfriar, diluir con 10 ml de agua, y agregar 70 ml de la solución oxidante.

9.1.2 Llevar a ebullición durante quince minutos o hasta que el volumen sea aproximadamente de 40 ml, después enfriar rápidamente.

Transfiere cuantitativamente la disolución a un tubo de Nessler (tubo I), enrasar hasta la marca y homogeneizar la disolución.

9.1.3 Tomar 5 ml de disolución patrón de manganeso y verte a un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Agregar 0.5 ml de ácido sulfúrico concentrado y 70 ml de solución oxidante y continuar como se describe en 9.2. Pasar la disolución coloreada resultante a un matraz volumétrico de 50 ml y después verterla en una bureta.

9.1.4 En otro tubo de Nessler (tubo II) verter con la bureta la disolución coloreada hasta que casi iguale el color en los dos tubos. Agregar agua hasta uno o dos centímetros abajo de la marca; homogeneizar y terminar de ajustar el color adicionando más disolución coloreada para la bureta, si se considera necesario. Anotar el volumen gastado.

9.2 Expresión de los resultados

9.2.1 Cálculos

La concentración de manganeso se calcula por medio de la fórmula siguiente:

$$\% \text{ de Mn} = \frac{V \times 10^{-4}}{P}$$

Donde:

V = Volumen empleada en el tubo II, en mililitros,
 P = peso de la muestra, en gramos,

9.2.2 Precisión

Ver 8.2.

10 BIBLIOGRAFIA

British Standards 3031:1972

Sulphuric acid for use in lead-acid batteries 20 page Gr 4,

Yearbook 1975,

Sandell, Interscience 1960. Colorimetric, Determination of Traces of Metals,

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

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

No concuerda con Normas Internacionales, por no existir sobre el tema.

Fecha de aprobación y publicación: Septiembre 22, 1976