



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-424-1977

DETERMINACION DE NIQUEL EN ACIDO SULFURICO

METHOD OF TEST FOR NICKEL IN SULPHURIC ACID

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

Esta Norma fué estudiada y aprobada por los organismos que a continuación se indica:

GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A.

ASOCIACION NACIONAL DE FABRICANTE DE ACUMULADORES.

MONTERREY CHLORIDE, S.A. DE C.V.

INDUSTRIA TECNICA RAYO, S.A.

DETERMINACION DE NIQUEL EN ACIDO SULFURICO
METHOD OF TEST FOR NICKEL IN SULPHURIC ACID

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método para determinar níquel en ácido sulfúrico en concentraciones de 0.0005 a 0.001%.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con las normas en vigor que se indica a continuación:

NOM-K-230	Método de Muestreo para Acido Sulfúrico.
NOM-BB-014	Clasificación y Tamaños Nominales para Utensilios de Vidrio Usados en Laboratorio.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos empleados de esta prueba deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, debe entenderse por destilada.

Cloroformo
Hidróxido de amonio concentrado
Disolución alcohólica de dimetilglioxima al 1%
Disolución de ácido cítrico al 10%
Disolución de hidróxido de amonio 1:1
Disolución de hidróxido de amonio 1:3
Acido clorhídrico 0.5 N
Agua de bromo al 3%

Disolución patrón de níquel. En una cápsula de porcelana pesar un gramo de níquel metálico y disolver en 15 ml de ácido nítrico concentrado, añadir 10 ml de ácido sulfúrico concentrado, evaporar a sequedad, enfriar y el residuo disolverlo en 50 ml de agua, transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml y completar el volumen con agua. Tomar 10 ml de esta disolución, llevar a un matraz volumétrico de 1000 ml, agregar 10 ml de ácido sulfúrico 1:1 y completar el volumen con agua. Esta disolución contiene 0.1 mg de níquel por mililitro.

4 APARATOS O INSTRUMENTO

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g

Mecheros de altas temperaturas (ver 9.1).

Espectrofotómetro (ver 9.2).

Celdas tales que su espesor de una absorbancia de 50% mínimo, en la curva de calibración.

Embudos de separación de 250 ml

Cápsulas de porcelana o de platino

Instrumento usuales de laboratorio

5 PREPARACION DE LA MUESTRA

Ver NOM-K-230

Las muestras que presentan turbidez, se deben filtrar. Las muestras que estén muy coloreadas, por la presencia de materiales orgánicos se les agrega nitrato de amonio sólido hasta desaparición del color.

6 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

Tomar la disolución patrón de níquel, alícuotas de 4, 5, 6, 7, 8, 9,10, 20, 50 y 100 ml y perseguir y de acuerdo al procedimiento. Con las lecturas obtenidas construir una gráfica colocando los microgramos de Ni en el eje de las abscisas y las lecturas en el eje de las ordenadas.

7 PROCEDIMIENTO

Tomar una cantidad de ácido sal, que contenga de 5 a 100 microgramos de níquel, transferir a un matraz volumétrico de 250 ml, que contenga 10 ml de agua. Añadir el ácido despacio con precaución.

Si la muestra contiene mucha materia orgánica evaporar en una cápsula de porcelana o de platino y quemar el residuo con un mechero de altas temperaturas. Disolver las cenizas con 2 ó 3 ml de ácido sulfúrico concentrado, calentar para que se disuelvan totalmente, diluir a 20 ml con agua y transferir a un matraz de 250 ml agregar 5 ml de ácido cítrico para que observa los complejos de cobre y hierro e impida la solución del níquel. Neutralizar la disolución a un pH de 7.5 a 8.5 con hidróxido de amonio 1:1, añadir 2 ml de la disolución de dimetil glioxima.

Transferir la disolución a un embudo la separación y extrae el níquel con tres porciones por separado de cloroformo (ver 9.3).

Llevar los extractos de cloroformo a un embudo de separación agregar porciones de 2 a 3 ml de hidróxido de amonio 1:3, para lavar la disolución (ver 9.4). Desechar estos lavados y extraer el cloroformo con dos porciones de 2 a 3 ml de HCl 0.5N. Conectar los extractos de HCl, diluir a 20 ml con agua y desechar al cloroformo (ver 9.5).

Añadir a la disolución que contiene los extractos de CH1 1 ml de agua de bromo y 2 ml de hidróxido de amonio concentrado y mezclar perfectamente (ver 9.6).

Calentar la disolución anterior a 30°C, añadir un ml de dimetil glioxima y diluir a 25 ml el volumen total en un matraz volumétrico. Dejar en reposo durante 5 minutos tomar un volumen dado para llenar la celda y medir la densidad óptica en 445 nm de longitud de onda.

Al mismo tiempo correr un testigo.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

a) Cálculos

$$\% \text{ de Níquel} = \frac{\text{mg de Ni de la curva de calibración} \times 10^{-4}}{P}$$

Donde:

P = Peso de la muestra, en gramos.

b) Precisión del método

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe exceder de 3 a 4 % entre los resultados obtenidos. En caso contrario debe repetirse las determinaciones.

9 APENDICE

9.1 El mechero empleado en esta prueba debe ser del tipo Mecker, Tyler o similar.

9.2 El espectrofotómetro empleado en esta prueba puede ser Spectronio 20 ó similar.

9.3 Sólo el oximato de níquel es soluble en cloroformo, otros como el hierro, cobalto, cobre no son solubles en cloroformo a excepción de una pequeña cantidad de oximato de cobre.

9.4 El lavado con hidróxido de amonio 1:3 evita cualquier interferencia del oximato de cobre que haya podido disolverse en cloroformo.

9.5 El níquel es rápidamente transferido del cloroformo en un estado acuoso, por medio de agitación con ácido clorhídrico diluido.

9.6 La adición de cualquier agente oxidante, como el bromo, a la disolución que contiene el níquel inicia la formación del complejo de níquel con la dimetil glioxima, que es de color rojo.

10 BIBLIOGRAFIA

Colorimetric Determination of Traces of Metals Sandell. Interscience Publishers Co. 1959.

Instrumental Analysis. Harley. Wiley and Sons, Inc. 1959. Federal Specifications O-S-801b. Sulphuric Acid, Electrolyte for Storage Batteries. April 14, 1965.

NOM-R-050 Norma Mexicana. Guía para la redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas, Secretaría de Industria y Comercio 1975.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

México, D.F., Marzo 1, 1977

EL C. DIRECTOR GENERAL.

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'S' shape with a vertical line through it, and a horizontal line at the bottom.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑO.

Fecha de aprobación y publicación: Marzo 9, 1977