



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-427-1976**

**“DETERMINACION DE SELENIO EN ACIDO SULFURICO”**

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

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## PREFACIO

En la elaboración de esta norma, participaron los siguientes organismos e instituciones:

- GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A.
  
- INDUSTRIAL TECNICA RAYO, S.A.
  
- ACUMULADORES GARCO, S.A.

“DETERMINACION DE SELENIO EN ACIDO SULFURICO”

“METHOD OF TEST FOR SELENIUM IN SULPHURIC ACID”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece el método de la diamino bencidina para determinar selenio en ácido sulfúrico.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la Norma Mexicana en vigor siguiente:

NMX-K-230 Método de Muestreo para Acido Sulfúrico.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

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

Disolución acuosa de clorhidrato de 3, 3'.-Diamínobencidina al 0.5%. Esta disolución debe guardarse en refrigerador.

Disolución patrón de selenio. Una disolución que contenga 1 mg por ml de selenio. Se prepara disolviendo 1.6337 g de ácido selenioso, en un litro de agua. Esta disolución patrón se normaliza gravimétricamente. Una disolución con 10 ppm de selenio, se prepara por dilución de la disolución patrón.

Disolución EDTA 0.4 N.- Se emplea para esta disolución la sal de sodio del ácido etilendiamino tetraacético.

Acido fórmico 2.5 M.

4 APARATOS O INSTRUMENTOS

Espectrofotómetro (ver 9.1).

5 PREPARACION DE LA MUESTRA

Ver NMX-X-230

## 6 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

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

## 7 PROCEDIMIENTO

Pesar una cantidad tal de muestra que contenga aproximadamente no más de 50 microgramos de selenio y transferir a un matraz de 100 ml; diluir a 50 ml con agua, después añadir 2 ml de ácido fórmico 2.5 M. Ajustar el pH a 2 ó 3. Añadir 2 ml de la disolución de diaminobencidina y dejar en reposo de 30 a 50 minutos. Ajustar el pH de 6 a 7 con hidróxido de amonio 7 N. Transferir a un embudo de separación de 125 ml, añadir exactamente 10 ml de tolueno y agitar vigorosamente por 30 segundos. Centrifugar la porción de tolueno por unos segundos, separar y determinar la absorbancia a una longitud de onda de 420 nm, corriendo al mismo tiempo un blanco (ver 9.2).

## 8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

### 8.1. Cálculos

$$\% \text{ de Se} = \frac{\text{microgramos de Se en la curva}}{P} \times 10^{-4}$$

Donde:

P = peso de la muestra en gramos

### 8.2. Precisión

La diferencia entre resultados obtenidos para diferentes porciones de análisis, no debe exceder de 0.00005 %. En caso contrario se recomienda repetir la determinación.

## 9 APENDICE

9.1. El espectrofotómetro empleado puede ser el Beckman pH Meter, Modelo N o similar.

9.2. La curva de calibración sigue la Ley de Beer en los límites de 5 a 25 microgramos de selenio por 10 ml de tolueno a una longitud de onda de 340 y 420 nm; 1 a 10 microgramos de selenio por 6 ml de tolueno a 340 nm y 10 a 100 microgramos de selenio por 10 ml de tolueno a 425 nm.

10 BIBLIOGRAFIA

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

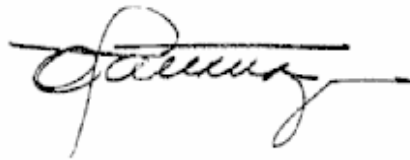
Standard Methods of Chemical Analysis. Determination of Selenium Volume I. Sixth Edition.. N. Howell Furman. 1963

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

No existe concordancia con ninguna norma internacional por no existir sobre el tema.

México, D.F., Diciembre 6, 1976

EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Cesar Larrañaga Elizondo', with a horizontal line extending to the right.

ING. CESAR LARRAÑAGA ELIZONDO.

Fecha de aprobación y publicación: Diciembre 17, 1976