



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-429-1977

DETERMINACION DE ANTIMONIO EN ACIDO SULFURICO

METHOD OF TEST FOR ANTIMONIUM IN SULPHURIC ACID

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

Esta Norma fue estudiada y aprobada por los organismos que a continuación se indican:

PETROLEOS MEXICANOS.

GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO.

MONTERREY CHLORIDE, S.A.

CELULOSA Y DERIVADOS, S.A.

TECNICA QUIMICA, S.A.

ZINCAMEX, S.A.

CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION.

DETERMINACION DE ANTIMONIO EN ACIDO SULFURICO
METHOD OF TEST FOR ANTIMONIUM IN SULPHURIC ACID

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de la rodamina B para determinar antimonio en ácido sulfúrico.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las Normas Mexicanas en vigor siguientes:

NOM-K-002 Acido Sulfúrico.

NOM-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 habla de agua debe entenderse por destilada.

Disolución acuosa de sulfito de sodio al 1%,

Disolución de ácido clorhídrico IN: 10 ml de ácido clorhídrico más 100 ml de agua.

Sulfato de cerio: se disuelven 3.3 g de sulfato de cerio anhidro, en 100 ml de ácido sulfúrico normal (3/100).

Disolución de clorhidrato de hidroxilamina al 1%. Se disuelve un gramo de clorhidrato de hidroxilamina en 100 ml de ácido clorhídrico normal.

Rodamina B: Se disuelven 200 mg en 100 ml de ácido clorhídrico normal.

Eter iso-propílico saturado con ácido clorhídrico, por agitación.

Disolución patrón de antimonio. Se pesa una cantidad adecuada de trióxido de antimonio (Sb_2O_3) y se disuelve en 100 ml de ácido clorhídrico 6 N (1:2). Esta disolución se completa su volumen a 1000 ml con ácido clorhídrico normal. En estas condiciones, 1.197 g de trióxido de antimonio corresponde a 1000 microgramos de antimonio por ml. Se diluye con HCl N para obtener 2 microgramos por ml.

4 APARATOS O INSTRUMENTOS

Fotocolorímetro o Espectrofotómetro.

Embudos de separación.

Balanza granataria.

Instrumentos usuales de laboratorio.

5 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

Ver NOM-K-230.

6 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

De la disolución patrón de antimonio tomar 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10, 15 y 20 ml, se llevan a matraces de 250 ml, añadir a cada uno, 10 ml de ácido clorhídrico concentrado y 2 ml de sulfito de sodio, agitar la mezcla con 3 ml de sulfato de cerio y 10 gotas de la disolución de clorhidrato, después de ser agitada dejar en reposo durante un minuto y determinar las concentraciones de antimonio, según se describe en el procedimiento. Al mismo tiempo correr un testigo.

7 PROCEDIMIENTO

En una cápsula de porcelana o de platino pesar con aproximación al 0.1 g, 100 g de muestra, evaporar hasta que el volumen sea reducido a 0.5 ml, si contiene materia orgánica que origina coloración, agregar nitrato de amonio sólido hasta desaparición del color. Dejar enfriar y diluir con 10 ml de agua. A esta disolución agregar 10 ml de ácido clorhídrico y 2 ml de sulfito de sodio, agitar la mezcla con 3 ml de sulfato de cerio, 10 gotas de disolución de clorhidrato de hidroxilamina, agitar y dejar en reposo durante un minuto.

La disolución así preparada transferirla a un embudo de separación, adicionar 60 ml de agua, 5 ml de éter isopropílico y agitar por 30 segundos. Cuando la fase acuosa se separa añadir 2 ml de clorhidrato de hidroxilamina a la fase orgánica y agitar uno o dos segundos: eliminar la fase acuosa; al disolvente agregar 2 ml de ácido clorhídrico normal, agitar el embudo de separación unos cuantos segundos más y la fase acuosa que se forma, eliminarla como la anterior.

A la disolución con el disolvente agregarle 2 ml de rodamina y agitar por diez segundos. La fase del disolvente transferirla a un matraz volumétrico de 25 ml completar el volumen con el disolvente y determinar el contenido de antimonio a una longitud de onda de 550 nm.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 Calculos

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

En 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 0.00001%. En caso contrario se recomienda repetir la determinación.

9 BIBLIOGRAFIA

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

Colorimetric Determination of Elements G. Charlot. 1964.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

México, D.F., Marzo 1, 1977

EL C. DIRECTOR GENERAL.



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Marzo 9, 1977