



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-448-1978**

**DETERMINACION DE SUSTANCIAS OXIDANTES Y  
REDUCTORAS EN EL ACIDO CLORHIDRICO PARA USO  
INDUSTRIAL**

*HYDROCHLORIC ACID FOR INDUSTRIAL GRADE METHOD OF TEST  
FOR CONTENT OF OXIDANT AND REDUCING SUSTANCES*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

## PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes organismos:

POLAQUIMIA, S.A.

LABORATORIO NACIONAL DE LA SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.

BAYER DE MEXICO, S.A.

GRUPO CYDSA, S.A.

PETROLEOS MEXICANOS.

SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA DE LA SECRETARIA DE PATRIMONIO Y FOMENTO INDUSTRIAL.

DIRECCION GENERAL DE IMPUESTOS INTERIORES DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.

DIRECCION GENERAL DE CONTROL DE ALIMENTOS, BEBIDAS Y MEDICAMENTOS DE LA SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.

DETERMINACION DE SUSTANCIAS OXIDANTES Y REDUCTORAS EN EL  
ACIDO CLORHIDRICO PARA USO INDUSTRIAL

HYDROCHLORIC ACID FOR INDUSTRIAL GRADE METHOD OF TEST FOR  
CONTENT OF OXIDANT AND REDUCING SUSTANCES

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de prueba para la determinación volumétrica de sustancias oxidantes o reductoras en ácido clorhídrico para uso industrial.

2 FUNDAMENTO

Se basa en el método yodométrico para la determinación de sustancias oxidantes (método directo) o reductoras (método indirecto) utilizando una solución de almidón como indicador y titulando con tiosulfato de sodio.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

3.1 Materiales

Matraz de yodo de capacidad de 250 y 500 ml.

Pesa filtros de capacidad aproximada de 60 ml.

Buretas de 25 y 50 ml.

Pipetas volumétricas de 25 y 50 ml.

Matraces aforados de 100 y 1000 ml.

Fuente calorífica adecuada.

Material común de laboratorio.

3.2 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico y cuando se mencione agua, debe entenderse destilada.

Cristales de yoduro de potasio

Solución de yoduro de potasio 100 g/l

Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.1 N

Solución valorada de yodo 0.1 N, conteniendo por lo menos 25 g/l de yoduro de potasio.

Solución de almidón (véase A.1.1)

### 3.3 Preparación de reactivos

#### 3.3.1 Solución de yoduro de potasio 100 g/l

Disolver 10g de yoduro de potasio en agua y diluir a 100 ml.

#### 3.3.2 Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.1 N

Disolver 24.82 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua recién hervida y enfriada, diluir a 1 litro. Preservar con la adición de 5 ml cloroformo ó 1 g de NaOH por litro ó 1 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  por litro.

3.3.3 Solución valorada de yodo 0.1 N conteniendo por lo menos 25 g por litro de yoduro de potasio. Colocar 13 g de yodo en un vaso de 250 ml, agregar 40 g de KI y unos 100 ml de agua, agitar hasta que todo el yodo se ha disuelto e inmediatamente pasar la solución a un matraz volumétrico de 1 litro, agregar agua hasta el aforo, tapar y agitar para homogeneizarla.

3.3.4 Solución de almidón recientemente preparada (véase A.1.1). Hacer una pasta utilizando 0.5 g de almidón con 2.5 ml de agua. Vaciar la pasta lentamente en 200 ml de agua. Hervir durante 15 minutos con agitación constante.

3.3.5 Titulación de la solución problema de tiosulfato de sodio 0.1 N con una solución valorada de dicromato de potasio 0.1 N. Disolver 4.903 g de dicromato de potasio (previamente secada a 103°C durante 2 horas) en agua, homogeneizarla y diluir a 1 litro, procurando que esto sea aproximadamente a 20°C, homogeneizar esta mezcla. Tomar con una pipeta 25 ml de la solución de dicromato, ponerlos en un matraz de yodo de 500 ml que contenga 50 ml de agua, agregar 10 ml de HCl concentrado y 3 g de KI.

$$\text{Normalidad del Tiosulfato de sodio} = \frac{25 \times 0.1}{\text{ml de Tiosulfato}}$$

3.3.6 Titulación de la solución problema de yodo 0.1 N, con una solución valorada de Tiosulfato de sodio 0.1 N. Tomar 25 ml de la solución de yodo 0.1 N en un Erlenmeyer de 250 ml, diluir a 100 ml y titular con solución de Tiosulfato de sodio 0.1 N hasta que casi todo el yodo haya reaccionado como lo demuestra el color, agregar 1 ml de almidón y titular lentamente hasta que la solución permanezca incolora.

$$\text{Normalidad de la solución de yodo} = \frac{25 \times 0.1}{\text{ml de tiosulfato}}$$

## 4 APARATOS

- 4.1 Balanza Granataria
- 4.2 Balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg
- 4.3 Estufa con control de temperatura
- 4.4 Agitador magnético

## 5 PROCEDIMIENTO

### 5.1 Prueba preliminar

Poner 25 ml de la muestra problema en un matraz de yodo de 250 ml, agregar 50 ml de agua, un cristal de yoduro de potasio y 0.5 ml de la solución de almidón. Agitar y si aparece una coloración azul indicando liberación de yodo, utilizar el procedimiento descrito en 5.3, y si no aparece color, aplicar el procedimiento descrito en 5.4.

### 5.2 Porción de prueba

Tomar una muestra de 50 ml con una pipeta volumétrica.

### 5.3 Determinación de sustancias oxidantes

Pasar la porción de prueba a un matraz de yodo de 500 ml que contenga 100 ml de agua, tapar y colocar el matraz en un baño de hielo durante 15 minutos, agregar al matraz 10 ml de solución de yoduro de potasio, tapar el frasco, agitar, mantener en reposo durante 2 minutos en la obscuridad y añadirle 1 ml de la solución de almidón.

Titular el yodo liberado con la solución de tiosulfato de sodio 0.1 N hasta la desaparición del color azul (véase 6.1).

### 5.4 Determinación de sustancias reductoras

Pasar la porción de prueba a un matraz de yodo de 500 ml que contenga 100 ml de agua, tapar y colocar el matraz en un baño de hielo durante 15 minutos.

Agregar una cantidad exacta de solución de yodo 0.1 N (por ejemplo 10 ml), tapar de nuevo y agitar. Titular el exceso de yodo con la solución de tiosulfato de sodio y cuando la solución empiece a colorearse de amarillo pálido (amarillo paja), agregar 1 ml de solución de almidón y seguir titulando hasta que el color azul desaparezca (véase 6.2).

## 6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

### 6.1 Substancias oxidantes

Las substancias oxidantes expresadas convencionalmente como cloro libre, son dadas como el porcentaje de la masa por medio de la fórmula siguiente:

$$Cl = \frac{V \times A \times 100}{E \times D}$$

Donde:

V = Volumen en mililitros de la solución de tiosulfato de sodio 0.1 N utilizados en la titulación.

A = Masa en gramos de cloro correspondiente a 1 ml de solución de tiosulfato de sodio 0.1 N (valor teórico 0.00355g de Cl).

E = Volumen en ml de la porción de prueba.

D = Densidad de la porción de prueba expresada en g/ml. (véase A.1.2).

### 6.2 Substancias reductoras

Las substancias reductoras expresadas convencionalmente, como bióxido de azufre (SO<sub>2</sub>) son dadas como porcentaje de la masa por medio de la fórmula siguiente:

$$SO_2 = \frac{(V - V_1) \times A \times 100}{E \times D}$$

Donde:

V = Volumen en mililitros de solución de yodo 0.1 N agregada antes de la titulación.

V<sub>1</sub> = Volumen en mililitros de solución de tiosulfato de sodio 0.1 N utilizados en la titulación.

A = Masa en gramos de Bióxido de azufre correspondiente a 1 ml de solución de yodo 0.1 N (valor teórico de 1 ml 0.00303 g de SO<sub>2</sub>).

E = Volumen en ml de la porción de prueba.

D = Densidad de la porción de prueba expresada en g/ml (véase A.1.3).

## APENDICE A

### A.1 Observaciones

A.1.1 Técnicamente es una suspensión coloidal.

A.1.2 Considerar la concentración de HCl para uso industrial a partir de la densidad.

A.1.3 Si las soluciones volumétricas décimo normales de Tiosulfato y Yodo no son de la concentración indicada en la lista de reactivos, se debe emplear un factor de corrección adecuado al cálculo de los resultados.

## 7 BIBLIOGRAFIA

a) Analytical Chemistry. Treadwell-Hall. Volume II-Quantitative.

b) Manual de Análisis Cuantitativo. Mario Gutiérrez C. Patronato de Publicaciones I.P.N. México, D.F., 1964.

## 8 CONCORDANCIA CON NORMAS EXTRANJERAS

Esta norma coincide básicamente con la norma ISO-R-980.

México, D.F., Abril 12, 1978

P.A. DEL DIRECTOR GENERAL  
EL SUBDIRECTOR DE OPERACION



ING. JOSE HERNANDEZ SALGADO.

Fecha de aprobación y publicación: Abril 17, 1978