



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NMX-K-527-1981

HIDROXIDO DE SODIO - DETERMINACION DE SILICE

SODIUM HIDROXIDE - DETERMINATION OF SILICA

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes Organismos:

- SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.
LABORATORIO CENTRAL.
- SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.
DIRECCION GENERAL DE IMPUESTOS INTERIORES.
- SUBSECRETARIA DE SALUBRIDAD. DIRECCION
GENERAL DE LABORATORIOS DE SALUD PUBLICA.
- SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.
- UNPASA.
- PETROLEOS MEXICANOS.
- INDUSTRIAS QUIMICAS DEL ITSMO, S.A.
- CELANESE MEXICANA, S.A.
- SOSA TEXCOCO, S.A.
- PENNWALT, S.A.
- PENNWALT DEL PACIFICO, S.A.
- CELULOSA Y DERIVADOS, S.A.

HIDROXIDO DE SODIO – DETERMINACION DE SILICE

SODIUM HIDROXIDE – DETERMINATION OF SILICA

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el método para determinar la sílice en hidróxido de sodio grado industrial.

2 REFERENCIAS

Esta norma se completa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NOM-K-456 Hidróxido de sodio grado industrial - Muestreo y toma de muestra.

3 FUNDAMENTO

Este método fotolorimétrico se basa en la reacción del molibdato de amonio y la sílice contenida en el hidróxido de sodio a un pH entre 2.2 y 2.7 dando una coloración amarilla por el molibdato de silicio formado, el cual finalmente se reduce a azul de molibdeno por la adición del sulfito de sodio.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

4.1.1 Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada.

Acido clorhídrico concentrado.

Acido clorhídrico (1 + 1).

Acido clorhídrico 1 N.

Sulfito de sodio al 17% (solución reductora).

Molibdato de amonio al 10%.

Solución estándar de sílice $1 \text{ cm}^3 = 1 \text{ mg de SiO}_2$.

Solución de cloruro de sodio 300 g/L.

Papel indicador para un rango de pH de 1 - 6.

Papel litmus neutral.

4.1.2 Preparación de reactivos

4.1.2.1 Molibdato de amonio al 10%

Determinar la masa de 10 ± 0.1 g de molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, transferirlos a un matraz volumétrico de 100 cm^3 y aforar con agua.

4.1.2.2 solución estandar de sílice

Determinar la masa exactamente de 4.7277 g de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, transferirlos a un matraz volumétrico de 1000 cm^3 , y afora con agua.

4.2 Materiales

Probetas de 50 y 100 cm^3 .

Pipeta graduada de 5 y 10 cm^3 y pipeta volumétrica de 15 cm^3 .

Pesafiltros.

Filtro rojo para fotocolorímetro (650 nm).

Vasos de precipitados de 250 cm^3 .

Tubos o matraces aforados de 100 cm^3 con tapones de teflón.

Material común de laboratorio.

5 APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica con ± 0.0001 g de sensibilidad.

Potenciómetro.

Espectrofotómetro o fotocolorímetro.

Cronómetro.

6 CURVA DE CALIBRACION

6.1 Utilizar una serie de siete tubos de 100 cm^3 y agregarles a cada uno de ellos 15 cm^3 de solución de NaCl de 300 g/L , uno de ellos será el blanco y a los

seis restantes añadirles alícuotas de solución estandar de SiO₂ de .5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0 cm³ equivalentes a 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 y 3.0 miligramos.

- 6.2 Añadirles 50 cm³ de agua destilada.
- 6.3 Agregarles una gota de ácido clorhídrico concentrado y 4 cm³ de HCl 1N en exceso, mientras se esta agitando.
- 6.4 Agregarles 5 cm³ de molibdato de amonio al 10%, mezclar y dejar reposar por 5 minutos.
- 6.5 Añadirles 10 cm³ de solución de sulfito de sodio al 17%, homogeneizar, aforar a 100 cm³ y dejar reposar por 15 minutos.
- 6.6 Ajustar el espectrofotómetro o el fotocolorímetro con el blanco.
- 6.7 Tomar las lecturas de las otras seis muestras.
- 6.8 Trazar la curva de calibración de las lecturas obtenidas contra mg de SiO₂.

7 MUESTRA Y TOMA DE MUESTRA

Extraer las porciones de muestra por analizar de acuerdo a la norma NOM-K-456 Hidróxido de sodio grado industrial - Muestreo y toma de muestra.

8 PROCEDIMIENTO

- 8.1 Determinar la masa aproximadamente de 2.0 ±0.0001 g de hidróxido de sodio en la balanza analítica.
- 8.2 Agregarle 50 cm³ de agua, neutralizar con HCl concentrado a un pH3 aproximado de 5, añadir una gota en exceso (aproximadamente 1 cm³ de HCl por gramo de hidróxido de sodio).
- 8.3 Ajustar a un pH neutro utilizando HCl (1 + 1) +ó NH₄OH (1+1) con ayuda del papel litmus.
- 8.4 Agregar 4 cm³ de HCl 1N y dejar enfriar.
- 8.5 Transferir cuantitativamente a un matraz de 100 cm³ y añadirle 5 cm³ desolución de molibdato de amonio al 10%, homogeneizar y dejar reposar por cinco minutos.
- 8.6 Añadir 10 cm³ de solución de sulfito de sodio al 17%, homogeneizar, aforar y dejar reposar por 15 minutos, apareciendo en este momento el color azul.

8.7 Efectuar la lectura en el espectrofotómetro ó en el fotocolorímetro; previamente ajustado con el blanco a 650 nm (véase A.2 y A.4).

9 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de SiO₂ en la muestra expresado como porcentaje en masa; se calcula por la siguientes expresión:

$$\% \text{ SiO}_2 = \frac{m_o\%}{10 M_1}$$

En donde:

m_o = A la masa de SiO₂ en miligramos encontrados.

M₁ = A la masa de la muestra en gramos.

10 REPETIBILIDAD

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe de ser mayor de 10% del valor promedio de todas las determinaciones.

APENDICE A

A.1 Todo material de laboratorio que deba estar en contacto con el hidróxido de sodio deberá ser de polietileno, polipropileno o cualquier otro material que no agregue sílice para la determinación de este elemento.

A.2 Hacer la lectura exactamente 15 minutos después de la adición del sulfito de sodio. Las lecturas efectuadas 30 minutos después de que se ha adicionado el sulfito serán de 1% menos en su valor.

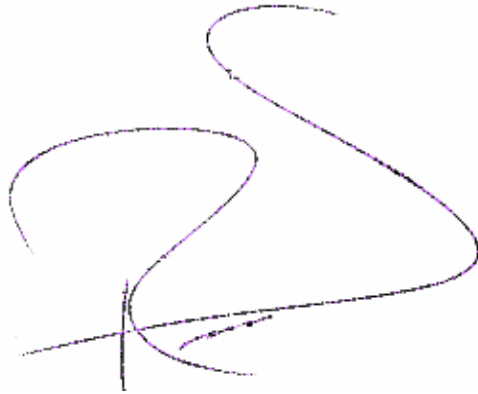
A.3 La solución de sulfito de sodio deberá prepararse cada dos ó tres días.

A.4 Cuando se use el fotocolorímetro se recomienda utilizar celdas de 40 mm.

11 BIBLIOGRAFIA

- American Standard Test Methods for Silica in water and waste water. D - 859 - 68 (Reprobado en 1974).

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

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

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Abril 13, 1981