

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
897 - 77**

**AUTOMOTRIZ. ÁCIDO SULFÚRICO
PARA ACUMULADORES
ELÉCTRICOS PLOMO - ÁCIDO**



I N D I C E

		<u>PAG.</u>
1	ALCANCE	1
2	NORMAS COVENIN A CONSULTAR	1
3	DEFINICIONES Y TERMINOLOGIA	1
4	CLASIFICACION	1
5	CONDICIONES GENERALES	2
6	REQUISITOS	3
7	INSPECCION Y RECEPCION	6
8	METODOS DE ENSAYO	6
9	MARCADO, ROTULADO Y EMBALAJE	49
10	RELACION CON OTRAS NORMAS	50
11	APENDICE 1	
12	APENDICE 2	
13	APENDICE 3	
14	APENDICE 4	
15	APENDICE 5	

TRAMITE

COMITE : CT5 AUTOMOTRIZ

PRESIDENTE : Dr. Henrique Machado Zuloaga

SECRETARIO : Ing. César Guerra
Ing. Hernán Rojas

SUBCOMITE: CT5/SC4 SISTEMA ELECTRICO

COORDINADOR: Ing. Hernán Rojas

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTES

CIVA

H. Sosa

FAVENPA

A. Salas

AVIEM

R. Matteo R.

ENERGIA INTEGRAL

Cyril Mahabir

P.C. Crerar

QUIMICA TAPA-TAPA

Giovanni Mazzanti

ACUMULADORES DUNCAN

Alvaro Martínez

CHRYSLER DE VENEZUELA

Oswaldo Mastrodoménico

GENERAL MOTORS DE VZLA.

A. Scalisi

ACUMULADORES FULGOR

Antonio Aznar

MIN-FOMENTO (industrias)

Manuel Rincón

DISCUSION PUBLICA :

Fecha de envío : 15-10-76

Duración : 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE : 04-10-77

NORMA VENEZOLANA
AUTOMOTRIZ
ACIDO SULFURICO PARA ACUMU-
LADORES ELECTRICOS PLOMO-ACI
DO

COVENIN

897

1 ALCANCE

Esta Norma contempla las características mínimas que debe cumplir el ácido sulfúrico a ser empleado en acumuladores eléctricos plomo-ácido.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 98 : ACIDO SULFURICO.

3 DEFINICIONES Y TERMINOLOGIA

3.1 ACIDO SULFURICO

Es un compuesto químico que tiene por fórmula H_2SO_4 , el cual se produce industrialmente en solución más o menos concentrada y con distintas impurezas.

3.2 ELECTROLITO

El electrolito es una solución de ácido sulfúrico en agua para acumuladores, con la gravedad requerida.

4 CLASIFICACION

El ácido sulfúrico al cual se refiere la presente norma, se clasificará en tres grados de acuerdo a su concentración:

4.1 GRADO A

Es el ácido sulfúrico concentrado, el cual presenta las siguientes características:

Gravedad específica mínima a 20°C/4°C: 1,828

Porcentaje mínimo de H₂SO₄: 93%

4.2 GRADO B

Es el ácido sulfúrico que presente los siguientes parámetros:

Gravedad específica a 20°C/4°C: 1,395 ± 0,005

Porcentaje de H₂SO₄: (50,0 ± 0,5) %

4.3 GRADO C

Es el ácido sulfúrico que presente los siguientes parámetros:

Gravedad específica a 20°C/4°C: 1,230 ± 0,020

Porcentaje de H₂SO₄: (36 ± 0,6) %

5 CONDICIONES GENERALES

5.1 El ácido sulfúrico al ser visto a través de una columna líquida deberá ser claro y su color se deberá ajustar al color patron.

5.2 No presentará partículas en suspensión ni sedimentos.

5.3 Todos los reactivos utilizados en los métodos de ensayos deberán ser de gran pureza.

5.4 Todo el material de ensayo que tenga contacto con la muestra a analizar deberá estar en perfectas condiciones de limpieza.

5.5 El material volumétrico (buretas, pipetas, matraces, etc.) a emplearse, deberá ser calibrado.

6 REQUISITOS

6.1 VISUALES

6.1.1 Al ser sometido el ácido sulfúrico al ensayo de Determinación del Color (Ver 8.1 de la presente norma), el color no deberá ser más oscuro que el color de la solución de referencia.

6.2 GRAVEDAD ESPECÍFICA

La gravedad específica del ácido sulfúrico, no deberá ser menor que el valor especificado para cada grado de concentración. Estos valores se indican a continuación:

6.2.1 Grado A: 1,828 (mínimo)

6.2.2 Grado B: $1,395 \pm 0,005$

6.2.3 Grado C: $1,230 \pm 0,020$

6.3 CONTENIDO EN PESO

El ácido sulfúrico (H_2SO_4) contenido en peso del ácido (según 8.2 de la presente norma), no deberá ser menor que el indicado para cada grado de concentración:

- 6.3.1 Grado A: contenido en peso $\geq 93\%$
- 6.3.2 Grado B: $49,5\% \leq$ contenido en peso $< 93\%$
- 6.3.3 Grado C: $35,5\% \leq$ contenido en peso $< 49,5\%$
- 6.4 IMPUREZAS

Las impurezas presentes en el ácido sulfúrico, no deberán exceder los valores indicados en la Tabla I.

REQUISITOS

TABLA I

IMPUREZAS	VALORES MAXIMOS %		
	Grado A	Grado B	Grado C
Residuos fijos	0,03	0,015	0,075
Hierro (Fe)	0,003	0,003	0,004
Acido Sulfuroso (SO ₂)	0,004	0,002	0,0015
Arsénico (As)	0,0001	0,00005	0,00004
Antimonio (Sb)	0,0001	0,00005	0,00004
Manganeso (Mn)	0,00002	0,00001	0,000007
Nitratos (NO ₃)	0,0005	0,0003	0,0002
Amonio (NH ₄)	0,001	0,0005	0,0004
Cloro (Cl)	0,001	0,0005	0,0004
Cobre (Cu)	0,005	0,003	0,0019
Zinc (Zn)	0,004	0,002	0,0015
Seleniun (Se)	0,002	0,001	0,0007
Platino (Pt)	0	0	0
Niquel (Ni)	0,0001	0,00005	0,00004
Materia orgánica	0	0	0

7 INSPECCION Y RECEPCION

7.1 LOTE

7.1.1 A efectos de la presente norma se considerará como lote al ácido sulfúrico del mismo grado, fabricado bajo condiciones de producción similares, que se someten a inspección como conjunto unitario.

7.2 TAMAÑO DE LA MUESTRA

El tamaño de la muestra será de mutuo acuerdo entre fabricante y consumidor.

8 METODOS DE ENSAYO

8.1 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DEL COLOR

8.1.1 Equipo de Ensayo

8.1.1.1 Aparatos

8.1.1.1.1 Tubos de Nessler de vidrio transparente e incoloro de fondo plano y caras paralelas, cuyo volumen sea de 100 ml.

8.1.1.1.2 Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

8.1.1.2 Reactivos

8.1.1.2.1 Solución normalizada de cobre, obtenida disolviendo 3,93 g de sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en agua, se agregan ---

50 ml de ácido sulfúrico (de gravedad específica 1,83) y se diluyen hasta 100 ml. Se toman 10 ml de esta solución y se diluyen hasta 1 l; 1 ml de esta solución equivale a 0,1 mg de cobre.

8.1.1.2.2 Acido clorhídrico (HCl)

Se prepara una solución 1N de HCl, la cual se obtiene disolviendo 100 ml de ácido clorhídrico de gravedad específica 1,16 (32% (p/P) de HCl) en agua y se diluye hasta 1 l.

8.1.1.2.3 Color de Referencia

A 2,4 ml de la solución normalizada de cobre (8.1.1.2.1) se le agrega 1 ml de ácido clorhídrico 1N y se burbujea sulfuro de hidrógeno (H_2S)* y se agrega agua destilada hasta un volumen final de 50 ml. (Ver apéndice 1)

8.1.2 Material a Ensayar

El material a ensayar consiste en 50 ml de ácido sulfúrico

8.1.3 Procedimiento

8.1.3.1 Se transfiere el material a ensayar a un tubo de Nessler.

8.1.3.2 Se transfieren los 50 ml de la solución color de referencia (8.1.1.2.3) a otro tubo de Nessler.

8.1.3.3 Se comparan los dos tubos, no debiendo ser el color del material a ensayar más oscuro que el color de la solución de referencia.

8.2 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DEL CONTENIDO EN PESO DE ACIDO SULFURICO

8.2.1 Equipo de Ensayo

8.2.1.1 Aparatos

8.2.1.1.1 Tres (3) fiolas de 100 ml c/u

8.2.1.1.2 Bureta graduada de vidrio PYREX y llave de teflón, de 50 ml y con una apreciación de 0,1 ml.

8.2.1.1.3 Pipeta graduada de 10 ml, apreciación 0,01 ml "clase A"

8.2.1.1.4 Balanza analítica, carga máxima 200 g sensibilidad - - mínima 0,1 mg.

8.2.1.2 Reactivos

8.2.1.2.1 Solución indicadora de anaranjado de metilo o heliantina.

Se disuelven 0,5 g de la sal sódica en un litro de agua caliente y se agregan 15,2 ml de ácido clorhídrico 0,1N, se filtra y se guarda la solución indicadora, así obtenida, en una botella de vidrio color ambar bien tapada. Esta solu -

ción se conserva estable por un largo período de tiempo; para su uso se tienen aproximadamente 10-20 ml en un frasco gotero color ambar.

8.2.1.2.2 Solución valorada de hidróxido de sodio 1N, parcialmente libre de Carbonato de Sodio. Debido al carácter altamente higroscópico del hidróxido de sodio es imperativo la valorización de las soluciones de NaOH preparadas en el laboratorio; el procedimiento de preparación y valoración del NaOH es dado en el apéndice 2.

8.2.2 Material a Ensayar

El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico. Debiéndose hacer por triplicado, siguiendo el método dado a continuación.

8.2.3.1 Se transfieren aproximadamente 35 ml de agua destilada a una fiola de 100 ml y se agrega el volumen del material a ensayar como se indica a continuación, de acuerdo a la gravedad específica del mismo.

Gravedad específica g/ml	ml de ácido sulfúrico
1,10	8
1,12	6,5
1,15	5,1
1,17	4,5
1,20	3,8
1,23	3,3
1,25	2,9
1,28	2,6
1,31	2,3
1,40	1,8
1,82 a 1,84	1,2

- 8.2.3.2 Se pesa la fiola más los 35 ml de agua al 0,1 mg, en la balanza analítica.
- 8.2.3.3 Se pesa la fiola con el agua y el ácido sulfúrico al 0,1 mg en la balanza analítica.
- 8.2.3.4 Se agrega a la fiola 2 gotas de la solución indicadora (8.2.1.2.1) y se titula con el hidróxido de sodio previamente valorado y de una concentración aproximadamente 1N, (el punto final de la titulación es dado por un viraje del color rosado original a un color anaranjado)

NOTA: Debe asegurarse que las paredes externas de las fiolas estén secas al realizarse las pesadas.

8.2.4 Expresión de los resultados

8.2.4.1 El porcentaje en peso de ácido sulfúrico se calcula utilizando la siguiente expresión.

$$P_w = \frac{V \times N \times 4,904}{W_f - W_i}$$

donde:

P_w = porcentaje en peso de ácido sulfúrico

V = volumen en ml de solución de hidróxido de sodio empleados en la titulación.

N = normalidad de la solución valorada de NaOH eq/l

W_f = peso en gramos de la fiola más el agua más el ácido

W_i = peso en gramos de la fiola más el agua.

Los resultados de P_w para las 3 determinaciones deben promediarse.

NOTA: Un análisis bien realizado debe presentar resultados con desviaciones no mayores del 1%, con respecto al valor promedio P_w .

8.3 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE LOS RESIDUOS FIJOS

8.3.1 Equipo de Ensayo

8.3.1.1 Balanza analítica (0,1 mg de apreciación)

8.3.1.2 Cápsula de platino o de sílice

8.3.1.3 Campana de tiro

8.3.1.4 Horno de mufla calentado eléctricamente con temperatura máxima de 1200 °C o en su defecto un mechero Fisher de alta temperatura.

8.3.1.5 Desecador

8.3.2 Material a Ensayar

El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico

8.3.3 Procedimiento

8.3.3.1 Se lleva la cápsula de Sílice o platino a peso constante, lo cual se realiza calentando la cápsula a temperaturas lo más altas posibles (del orden de los 1000°C), luego se deja enfriar en un desecador y se pesan (con tapa). El procedimiento se repite hasta que la lectura del peso sea constante (variación máxima de 0,1 mg)

- 8.3.3.2 Se pesan exactamente de 50 a 100 g del material a ensa
yar, en una cápsula de platino o de sílice (8.3.1.2)
- 8.3.3.3 Se evapora por calentamiento en una campana de tiro
los gramos del material a ensayar.
- 8.3.3.4 Cuando no se desprendan más humos blancos de la cápsu-
la de platino, ésta se retira y se enfría en un deseca-
dor.
- 8.3.3.5 Se lleva la cápsula a peso constante y se anota este va
lor.

8.3.4 Expresión de los resultados

- 8.3.4.1 El porcentaje en peso de los residuos fijos se calcula
por la siguiente fórmula:

$$\% = \frac{100 (A - B)}{P}$$

donde:

A = peso de la cápsula al terminar el ensayo

B = peso de la cápsula previamente calcinada

P = peso de la muestra

8.4 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DEL HIERRO
METODO DE SULFOCIANURO

8.4.1 Equipo de Ensayo

8.4.1.1 Aparatos

8.4.1.1.1 Balanza analítica

8.4.1.2 Reactivos

8.4.1.2.1 Solución patrón concentrada de hierro, la cual se obtiene de la manera siguiente:

Se pesan exactamente 8,63 g sulfato doble de hierro y amonio ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$); se disuelven en agua destilada agregando 50 ml de H_2SO_4 . Se añade agua destilada hasta completar un litro de solución. Un ml de esta solución patrón concentrada equivale aproximadamente a 1 mg de hierro (Fe). Debe usarse el alumbre férrico p.a. Si se pesa una cantidad de alumbre férrico algo distinta a la nombrada arriba se debe calcular el contenido en hierro por la siguiente ecuación:

$$\text{Fe}^{+++} = W \times 0,1158 \text{ mg/ml}$$

donde: W es el peso de alumbre férrico expresado en gramos.

8.4.1.2.2. Solución patrón débil de hierro, la cual se obtiene de la siguiente forma:

A partir de la solución patrón concentrada de hierro (8.4.1.2.1) se toma 1 ml, y se completa hasta 1 l, añadiendo agua destilada previamente preparada, de manera que contenga por 1 l de agua 50 ml de ácido sulfúrico. 1 ml de esta solución patrón débil equivale a 0,000001 g de hierro (Fe).

8.4.1.2.3 Solución normal de Sulfocianuro, la cual se obtiene de la siguiente manera:

Se disuelven 76.1 g de Sulfocianuro de Amonio (químicamente puro) en agua destilada y aforando a 1000 ml.

8.4.2 Material a Ensayar

8.4.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico.

8.4.3 Procedimiento

8.4.3.1 Se pesan exactamente 10 g del material a ensayar.

8.4.3.2 Se diluyen los gramos del material a ensayar en agua destilada hasta completar 100 ml.

8.4.3.3 De la solución preparada se toman cantidades convenientes según el grado de calidad a la cual corresponde la muestra, según la tabla siguiente:

GRADO DEL ACIDO	Muestra: 10g a 100 cc		Solución patrón débil		Equivalente en gramos de hierro
	Se toman	Se añade H ₂ SO ₄	Se toman	Se añade H ₂ SO ₄	
A	50 ml	0,00 g	1 ml	4,95 g	0,000001
B	1 ml	0,10 g	4 ml	0,00 g	0,000004
C	1 ml	0,40 g	10 ml	0,00 g	0,000010

8.4.3.4 Tanto el material a ensayar, como a las soluciones patrones, se les añaden unas gotas de peróxido de hidrógeno y se hacen hervir para oxidar completamente al hierro (Fe), enseguida se enfría, se añaden 10 ml de la solución normal de sulfocianuro y se hace la comparación colorimétrica del patrón y de la muestra a ensayar. Si no se dispone de colorímetro, tomar la coloración de la muestra patrón como límite.

8.4.4 Expresión de los resultados

El porcentaje en peso de hierro (Fe) se determina utilizando la fórmula siguiente:

$$\% \text{ Fe} = \frac{100 C'}{P}$$

donde:

P = peso de la muestra del material a ensayar, tomado según su grado de concentración:

Para el grado A, P = 5,0 g

Para el grado B, P = 0,1 g

Para el grado C, P = 0,1 g

C' = cantidad de gramos de Fe en la solución de material a ensayar.

$$C' = \frac{CL}{L'}$$

donde:

C = cantidad de gramos de Fe en la solución patrón

L = longitud de la columna de la solución patrón

L' = longitud de la columna del material a ensayar

8.5 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE MATERIA ORGANICA

8.5.1 Equipo de Ensayo

8.5.1.1 Aparatos

8.5.1.1.1 Matraz de 250 ml

- 8.5.1.1.2 Bureta de 50 ml
- 8.5.1.1.3 Cilindro graduado de 100 ml
- 8.5.1.1.4 Balanza analítica
- 8.5.1.2 Reactivos
 - 8.5.1.2.1 Deben ser de alta pureza y las soluciones se prepararán inmediatamente.
 - 8.5.1.2.2 Agua destilada exenta de sustancias orgánicas (obtenida por redestilación con un poco de KMnO_4)
 - 8.5.1.2.3 Acido sulfúrico concentrado en una relación 1:3
 - 8.5.1.2.4 Solución de KMnO_4 \approx 0,01 Normal preparada diluyendo 100 ml de solución \approx 0,1 Normal de KMnO_4 (la cual debe ser preparada según las indicaciones del apéndice 3) en 1 litro con agua destilada. Debiéndose utilizar una pipeta de 100 ml y un matraz aforado de 1 l. La concentración final obtenida es:

$$N_2 = \frac{N_1}{10}$$

donde:

N_1 = es la concentración del KMnO_4 obtenido en el apéndice 3.

8.5.1.2.5 Solución de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) N 0,01 Normal, la cual se obtiene disolviendo 0,63 g de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua destilada.

NOTA: El ácido oxálico debe llevarse a humedad constante en un desecador cargado con bromuro de sodio de delicuescente.

8.5.2 Material a Ensayar

8.5.2.1 El material a ensayar es ácido sulfúrico

8.5.3 Procedimiento

8.5.3.1 Se toman 5 ml del material a ensayar y se colocan en el matraz.

8.5.3.2 Se diluyen con 100 ml de agua destilada.

8.5.3.3 Se agregan 10 ml KMnO_4 de manera que el líquido se mantenga coloreado.

8.5.3.4 Esta mezcla se calienta y se deja hervir durante 5 minutos.

8.5.3.5 Se le agrega un volumen de ácido oxálico igual al de KMnO_4 . Se observa una decoloración.

8.5.3.6 Se titula en caliente con KMnO_4 Normal hasta que persista la coloración rosada.

Expresión de los resultados

La cantidad de materia orgánica presente en el material a ensayar se determina de la manera siguiente:

Número de equivalentes de materia orgánica presentes en 100 l de H₂SO y (NE)

$$NE = 20 (V_1 N_1 - V_2 N_2 + V_3 N_1)$$

donde:

V₁ = volumen de KMnO₄ utilizado

N₁ = normalidad de KMnO₄

V₂ = volumen de H₂C₂O₄

N₂ = normalidad de H₂C₂O₄

V₃ = volumen empleado de KMnO₄ usado en la titulación por retroceso, es decir, el volumen empleado en la sección 8.5.3.6.

8.6 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE ACIDO SULFUROSO (SO₂)

8.6.1 Equipo de Ensayo

8.6.1.1 Aparatos

8.6.1.1.1 Matríz cónico de 150 ml

8.6.1.2 Reactivos

- 8.6.1.2.1 Todos los reactivos deben tener una gran pureza, y las soluciones deberán prepararse inmediatamente.
- 8.6.1.2.2 Agua destilada excenta de azufre.
- 8.6.1.2.3 Solución patrón de la muestra diluida, la cual se obtiene preparando a partir de la muestra, 1 l de solución diluida de 16,67% (P/V) de H_2SO_4 a temperatura ambiente. (16,67 gr por 100 ml de solución)
- 8.6.1.2.4 Solución de almidón (Ver apéndice 5)
- 8.6.1.2.5 Solución de yodo 0,01 Normal (Ver apéndice 4)
- NOTA: Los reactivos deben ser puros, las soluciones recién preparadas y si hace falta se filtra.
- 8.6.2 Material a Ensayar
- 8.6.2.1 El material a ensayar es ácido sulfúrico
- 8.6.3 Procedimiento
- 8.6.3.1 Se toman 100 ml de la solución patrón diluida y se colocan en el matríz.
- 8.6.3.2 Se agregan 1 ml de solución de almidón
- 8.6.3.3 Se titula con la solución de yodo 0,01 Normal recién preparada hasta que aparezca un color azul.

8.6.4 Expresión de Resultados

$$\% \text{SO}_2 \text{ (p/p)} = \frac{A \times N}{\% \text{H}_2\text{SO}_4} \cdot 32,03$$

donde:

A es el volumen en ml de la solución de yodo empleado en la titulación.

N es la normalidad de la solución de I₂ (aprox 0,01N) y % H₂SO₄ es el porcentaje (p/u) de ácido sulfúrico en la solución analizada.

8.7 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE ANTIMONIO (Sb).

8.7.1 Equipo de Ensayo

8.7.1.1 Aparatos

8.7.1.1.1 Beaker de 150 ml

8.7.1.1.2 Tubo de ebullición

8.7.1.1.3 Frasco volumétrico

8.7.1.1.4 Fiola

8.7.1.1.5 Aparato de Gutzeit

8.7.1.1.6 Cilindro graduado

8.7.1.1.7 Balanza analítica

8.7.1.2 Reactivos

8.7.1.2.1 Todos los reactivos deben ser de alta pureza, y las soluciones deberán prepararse inmediatamente.

8.7.1.2.2 Agua destilada libre de antimonio

8.7.1.2.3 Solución de tartrato potásico de antimonio, la cual se obtiene al disolver 0,055 g de tartrato potásico de antimonio en agua y diluir luego hasta 1 l.

8.7.1.2.4 Solución de sulfito de sodio, la cual se prepara disolviendo 8,25 g de sulfito de Na en 10 ml de agua.

8.7.1.2.5 Acido hidroclicrico (HCl)

8.7.1.2.6 Hidróxido de amonio diluido en 4 volúmenes de agua

8.7.1.2.7 Solución patrón de antimonio

8.7.2 Material a Ensayar

8.7.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico.

8.7.3 Procedimiento

8.7.3.1 Se toma una cantidad del material a ensayar, que contenga 100 g de H_2SO_4 , de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{Cantidad requerida de ácido} = \frac{10.000}{P_v (P/V)} \text{ ml}$$

donde:

$P_v = \% \text{ de ácido en la muestra (P/V)}$

- 8.7.3.2 La muestra tomada se evapora hasta 4 ó 5 ml y luego se enfría.
- 8.7.3.3 Se le agrega cuidadosamente la solución de sulfito de sodio.
- 8.7.3.4 Se evapora nuevamente hasta que comience a aparecer humo, se enfría.
- 8.7.3.5 Se agregan 100 ml de ácido clorhídrico (hidroclórico)
- 8.7.3.6 Se coloca esta mezcla en un Beaker abierto y se hierve lentamente hasta que el volumen se reduzca a 40 ml procurando que la temperatura del líquido no pase de 110°C.
- 8.7.3.7 Se usa un tubo de ebullición para minimizar la formación de terrones, procurando que el volumen no disminuya mucho, o que la temperatura no sea demasiado alta, a fin de evitar pérdidas de antimonio.
- 8.7.3.8 Se coloca esta muestra en un frasco volumétrico y se diluye hasta 50 ml.
- 8.7.3.9 En una alícuota se colocan 10 ml de agua y 3 ml de H_2SO_4 .

- 8.7.3.10 La mezcla se transfiere al aparato de Gutzeit, se diluye a 50 ml y se procede a la determinación del antimonio, como en el caso del arsénico (Ver 8.8) excepto -- que la solución se calienta suavemente alrededor de -- 60°C y se mantiene a esa temperatura por una hora.
- 8.7.3.11 Se toma una tira de papel impregnado en hidróxido de amonio y se sumerge en la solución (obtenida en 8.7.3.9) y aparecerán manchas (si hay Sb presente)
- 8.7.3.12 Se comparan las manchas obtenidas en 8.7.3.10, con las manchas obtenidas bajo idénticas condiciones a partir de una solución que contiene 4 ml de H₂SO₄ y 1 ml de solución patrón de antimonio.
(Límite de antimonio = 0,0001 %)
- 8.8 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE ARSENICO
(As)
- 8.8.1 Equipo de Ensayo
- 8.8.1.1 Aparatos
- 8.8.1.1.1 Cilindros de Nessler
- 8.8.1.1.2 Aparato de Gutzeit (Ver 8.16)
- 8.8.1.2 Reactivos

- 8.8.1.2.1 Todos los reactivos deben ser de gran pureza y las soluciones deberán prepararse inmediatamente.
- 8.8.1.2.2 Agua destilada libre de arsénico
- 8.8.1.2.3 Solución patrón de la muestra, obtenida preparando a partir de la muestra 1 l de solución diluida con un contenido de 16,67% de H_2SO_4 (P/V) a temperatura ambiente.
- 8.8.1.2.4 Acido hidroclicrico estañoso
- 8.8.2 Material a Ensayar
- 8.8.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico
- 8.8.3 Procedimiento
- 8.8.3.1 Se agregan 45 ml de agua a 6 ml de la muestra diluida y 8 ml de ácido hidroclicrico estañoso.
- 8.8.3.2 Se procede de acuerdo al método de Gutzeit modificado (Ver 8.16)
- 8.8.4 Expresión de Resultados
- 8.8.4.1 Cualquier mancha producida no deberá contener más del 0,001% de arsénico correspondiente a la mancha equivalente.

8.9 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE MANGANESO
(Mn)

8.9.1 Equipo de Ensayo

8.9.1.1 Aparatos

8.9.1.1.1 Cilindros Nessler

8.9.1.1.2 Pipeta graduada de 10 ml y apreciación de 0,1 ml

8.9.1.1.3 Matraz de 250 ml

8.9.1.1.4 Balanza analítica

8.9.1.2 Reactivos

8.9.1.2.1 Todos los reactivos deben ser de gran pureza y las soluciones se prepararán inmediatamente.

8.9.1.2.2 Solución patrón de la muestra, la cual se obtiene preparando a partir de la muestra, 1 l de solución diluída con un contenido de 16,67% (P/V) de ácido sulfúrico a temperatura ambiente.

8.9.1.2.3 Solución de nitrato de plata, la cual se obtiene disolviendo 100 g de nitrato de plata en agua y diluyendo hasta 1 l.

8.9.1.2.4 Solución de persulfato de amonio, la cual se obtiene disolviendo 100 g de persulfato de amonio en agua y dilu

yendo hasta 1 litro.

8.9.1.2.5 Solución de permanganato de potasio (KMnO_4) 0,001N, preparada por dilución a partir de la solución 0,1N - - (Apéndice 3) diluyendo 10 ml de solución 0,1N hasta 1 litro con agua destilada.

8.9.1.2.6 Solución patrón de KMnO_4 , la cual se obtiene diluyendo 3,3 ml de la solución de KMnO_4 0,001N hasta 1 l con agua destilada.

8.9.2 Material a Ensayar

8.9.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico

8.9.3 Procedimiento

8.9.3.1 Se toman 200 ml de la solución patrón de la muestra y se coloca en un matraz.

8.9.3.2 Se agregan 5 ml de solución de nitrato de plata y 1 ml de solución de persulfato de amonio.

8.9.3.3 Se calienta hasta que hierva, observándose la aparición de un color determinado.

8.9.4 Expresión de Resultados

8.9.4.1 El color que toma la solución (8.9.3.2) no debe ser más

oscuro que el de la solución patrón de permanganato de potasio.

8.10 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE NITRATOS
(NO₃)

8.10.1 Equipo de Ensayo

8.10.1.1 Aparatos

8.10.1.1.1 Beacker de diversos tamaños

8.10.1.1.2 Balanza analítica

8.10.1.2 Reactivos

8.10.1.2.1 Todos los reactivos deberán ser de gran pureza, las soluciones deben ser preparadas inmediatamente, antes de utilizarlas, si es necesario se filtran.

8.10.1.2.2 Agua destilada excenta de compuestos nitrogenados.

8.10.1.2.3 Solución patrón de la muestra, la cual se obtiene preparando a partir de la muestra, 1 l de solución diluida con un contenido de ácido sulfúrico de 16,67% (P/V) a temperatura ambiente.

8.10.1.2.4 Solución patrón de índigo (añil), la cual se obtiene de la manera siguiente:

8.10.1.2.4.1 Se disuelven 0,066 g de rojo índigo en 500 ml de ácido sulfúrico (1:7)

8.10.1.2.4.2 Se agregan 20 ml de ácido hidroclicóric (grav. espec. = 1,16) y se completa hasta 1 litro con ácido sulfúrico (1:7).

8.10.1.2.4.3 Se ajusta la solución de manera que al agregar 10 ml de solución a 3,2 ml de nitrato potásico, se decolore cuando se agreguen 13 ml de ácido sulfúrico (grav. espec. = 1,84) y se hierva durante 1 minuto; 1 ml de esta solución es equivalente a 0,0044 mg de nitrógeno.

8.10.2 Material a Ensayar

8.10.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico.

8.10.3 Procedimiento

8.10.3.1 Se colocan 2,2 ml de solución patrón de índigo en un Beaker pequeño:

1 ml = 0,02 mg ácido nítrico = 0,0044 mg nitrógeno

8.10.3.2 Se agregan 7 ml de agua destilada.

8.10.3.3 Se agregan 2 ml de la solución patrón de la muestra.

8.10.3.4 Se agregan 10 ml de ácido sulfúrico (grav. espec. 1,84 y libre de nitrógeno) y se calienta hasta que hierva.

8.10.4 Expresión de los Resultados

8.10.4.1 El color que se produce no debe desaparecer en 1 minuto desde que comenzó a hervir la mezcla (8.5.3.4)

8.11 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE AMONIO
(NH₄)

8.11.1 Equipo de Ensayo

8.11.1.1 Aparatos

8.11.1.1.1 Cilindros de Nessler

8.11.1.2 Reactivos

8.11.1.2.1 Todos los reactivos deberán ser de gran fuerza y las soluciones deben ser preparadas inmediatamente antes de ser usadas. Si es necesario se filtran.

- 8.11.1.2.2 Reactivo de Nessler, el cual se prepara de la siguiente manera:
- 8.11.1.2.2.1 Se disuelven 35 g de yoduro de potasio y 12,5 g de cloruro de mercurio en 800 ml de agua.
- 8.11.1.2.2.2 Se agrega una solución saturada de cloruro de mercurio fría, hasta que después de agitar sucesivamente, se deposita un ligero precipitado de color rojo.
- 8.11.1.2.2.3 Se agregan 120 g de hidróxido de sodio y se agita hasta que se disuelva.
- 8.11.1.2.2.4 Se agrega un poco más de solución saturada de cloruro de mercurio y suficiente agua para formar 1 l.
- 8.11.1.2.2.5 Se deja reposar y se recoge el líquido sobrenadante para el análisis.
- 8.11.1.2.3 Solución patrón de la muestra, la cual se obtiene preparando a partir de la muestra 1 litro de solución diluida con un 16,67% (P/V) de ácido sulfúrico.
- 8.11.1.2.4 Solución de hidróxido de sodio al 20% la cual se prepara disolviendo 200 g de hidróxido de sodio en agua y diluyendo hasta 1 l.
- 8.11.1.2.5 Solución patrón de amonio, la cual se obtiene disolviendo

do 3,15 g de cloruro de amonio en agua y diluyendo hasta 1 l.

Se toman 100 ml de la solución y se diluye hasta 1 l.

Entonces: 1 ml de esta solución equivale a 0,0082 mg de nitrógeno.

8.11.1.2.6 Solución colorante patrón, el cual se obtiene colocando 1 ml de solución patrón de amonio en un cilindro de Nessler, se le agrega 45 ml de agua, 3 ml de solución de hidróxido de sodio 5 Normal y 2 ml de reactivos de Nessler.

8.11.2 Material a Ensayar

8.11.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico.

8.11.3 Procedimiento

8.11.3.1 Se coloca 1,6 ml de solución patrón de la muestra en un cilindro de Nessler similar al del punto 8.11.1.2.6.

8.11.3.2 Se agrega 45 ml de agua y 3 ml de solución de hidróxido de sodio 5 N.

8.11.4 Expresión de Resultados

8.11.4.1 Cualquiera que sea el color producido no debe ser más oscuro que el de el colorante patrón.

8.12 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE CLORO (cl)

8.12.1 Equipo de Ensayo

8.12.1.1 Aparatos

8.12.1.1.1 Vasos de precipitado

8.12.1.1.2 Agitador

8.12.1.1.3 Filtro seco

8.12.1.2 Reactivos

8.12.1.2.1 Solución patrón de la muestra, la cual se obtiene diluyendo 10 ml de ácido sulfúrico (muestra) en 90 ml de agua.

8.12.1.2.2 Acido nítrico puro

8.12.1.2.3 Solución de nitrato de plata 0,01 N.

8.12.1.2.4 Solución de alumbre férrico.

8.12.1.2.5 Solución de sulfocianuro amónico 0,01 N.

8.12.2 Material a Ensayar

8.12.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico

8.12.3 Procedimiento

8.12.3.1 Se toman 50 ml de la solución patrón de la muestra, se coloca en vaso de precipitado y se le agrega ácido nítrico.

- 8.12.3.2 Se añade solución de nitrato de plata.
- 8.12.3.3 Se agita un poco para precipitar todo el cloro presente.
- 8.12.3.4 Se deja sedimentar, se filtra con un filtro seco.
- 8.12.3.5 Se lava perfectamente el vaso de precipitado y el filtro.
- 8.12.3.6 Al filtrado se añade de 2 a 3 ml de solución de alumbre férrico y algunos ml de ácido nítrico para decolorar perfectamente el líquido.
- 8.12.3.7 Se titula el exceso de plata con solución de sulfocianuro amónico N/100 hasta que aparezca una coloración persistente (amarillo rojizo)

8.12.4 Expresión de los Resultados

Los gramos de cloro presentes en la muestra se determinan de la siguiente manera.

$$\text{gr Cl/lit} = A - 0,0003546 B$$

donde:

A = ml de nitrato de plata consumidos

B = ml de sulfocianuro amónico consumidos en la titulación.

8.13 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE COBRE (Cu)

8.13.1 Equipo de Ensayo

8.13.1.1 APARATOS

8.13.1.1.1 Cilindros de Nessler (tipo 1 de A.S. N° R - 12)

8.13.1.1.2 Embudo de separación de 200 ml

8.13.1.2 REACTIVOS

8.13.1.2.1 Todos los reactivos deberán ser de gran pureza. Las soluciones se prepararán en el momento de utilizarlas, si es necesario deberán filtrarse.

8.13.1.2.2 Solución de ácido cítrico al 50%, la cual se obtiene disolviendo 500 g de ácido cítrico en agua y diluyendo hasta 1 l

8.13.1.2.3 Solución de dietil ditiocarbamato de sodio al 0,1%, la cual se obtiene disolviendo 1 g de dietil ditiocarbamato de sodio en agua y diluyendo hasta 1 l

8.13.1.2.4 Solución patrón de cobre, la cual se obtiene de la manera siguiente:

- 1.- Se disuelven 3,93 g de sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en agua.
- 2.- Se le agregan 50 ml de ácido sulfúrico (gr. esp. - 1,84) y se diluye hasta 1 l.
- 3.- Se toma 100 ml de esta solución y se diluye hasta

1 l.

1 ml de esta solución equivale a 0,1 mg de cobre.

- 8.13.1.2.5 Solución patrón de la muestra, la cual se obtiene preparando a partir de la muestra 1 litro de solución diluida con un contenido de ácido sulfúrico de 16,67% (P/V).
- 8.13.1.2.6 Hidróxido de amonio con una gravedad específica de 0,88.
- 8.13.1.2.7 Tetracloruro de carbono
- 8.13.2 Material a Ensayar
- 8.13.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico
- 8.13.3 Procedimiento
- 8.13.3.1 Se mezclan 60 ml de solución patrón de la muestra con 2 ml de solución de ácido cítrico y se alcaliniza con amoníaco.
- 8.13.3.2 Se enfría y se le agregan 2 ml del reactivo de carbamato y se transfiere a un embudo de separación de 200 ml.
- 8.13.3.3 Se extrae el complejo de cobre mediante extracciones sucesivas con pequeñas cantidades de tetracloruro de carbono (porciones de 3 x 15 ml) y se completa hasta 50 ml con tetracloruro de carbono.

- 8.13.3.4 Se transfiere a un cilindro de Nessler.
- 8.13.3.5 En otro cilindro de Nessler se coloca 1 ml de solución patrón de cobre, tratado en forma similar.
- 8.13.3.6 Simultáneamente se hace una determinación en blanco con el agua y los reactivos.
- 8.13.4 Expresión de Resultados
- 8.13.4.1 Al comparar las coloraciones de 8.13.3.4 y 8.13.3.5 el color del primero no deberá ser más oscuro que el del segundo.
- 8.14 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE SELENIO (Se)
- 8.14.1 Equipo de Ensayo
- 8.14.1.1 Aparatos
- 8.14.1.1.1 Tubo de ensayo
- 8.14.1.2 Reactivos
- 8.14.1.2.1 Acido clorhídrico
- 8.14.1.2.2 Cristales de Sulfito Sódico
- 8.14.2 Material a Ensayar
- 8.14.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico

8.14.3 Procedimiento

8.14.3.1 Se colocan 2 ml de la muestra a analizar en el tubo de ensayo.

8.14.3.2 Se le agregan cuidadosamente 2 ml de ácido clorhídrico en el cual se ha disuelto previamente los cristales de sulfito sódico.

8.14.4 Expresión de Resultados

8.14.4.1 Al efectuarse el punto 8.14.3.1, no debe aparecer una coloración rosada en la zona de separación de los dos líquidos.

8.14.4.2 Al calentarse no debe formarse un color rojo en todo el líquido.

8.15 ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE PLATINO (Pt)

8.15.1 Equipo de Ensayo

8.15.1.1 Aparatos

8.15.1.1.1 Cilindros de Nessler

8.15.1.1.2 Crisol de porcelana

8.15.1.1.3 Vidrio de reloj

8.15.1.1.4 Papel de asbesto delgado de 0,5 cm de ancho, 3 cm de

largo y no más de 0,75 mm de espesor.

8.15.1.1.5 Pinzas para crisol

8.15.1.1.6 Mechero Bunsen

8.15.1.2 REACTIVOS

8.15.1.2.1 Todos los reactivos deben ser de la mayor pureza posible, las soluciones deben ser recién preparadas y si es necesario deberán filtrarse.

8.15.1.2.2 Acido nítrico (1:2), el cual se obtiene diluyendo 330 ml de ácido nítrico (gr. espec. 1,42) hasta 1 l.

8.15.1.2.3 Acido hidroclicrico (1:1) el cual se obtiene diluyendo 500 ml de ácido hidroclicrico (clorhídrico) (gr. espec. 1,16) hasta 1 l.

8.15.1.2.4 Solución patrón de la muestra, la cual se obtiene preparando a partir de la muestra 1 litro de solución diluida con un contenido de ácido sulfúrico de 16,67% (P/V) a temperatura ambiente.

8.15.1.2.5 Agua regia, la cual se obtiene mezclando 10 ml de ácido nítrico y 30 ml de ácido clorhídrico.

8.15.2 Material a Ensayar

8.15.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico.

8.15.3 Procedimiento

8.15.3.1 Se evaporan 10 ml de ácido sulfúrico concentrado o el volúmen equivalente de solución patrón de la muestra, en un crisol de porcelana sin calentar el residuo innecesariamente y luego se enfría.

8.15.3.2 Se añade 2 ml de agua regia.

8.15.3.3 Se cubre el crisol con un vidrio de reloj y se coloca en un baño de vapor por 10 minutos.

8.15.3.4 Se quita el vidrio de reloj y se evapora la solución hasta que queden 5 ó 6 gotas. Si la solución se evapora completamente, se repite el tratamiento con agua regia.

8.15.3.5 El remanente de la solución se absorbe en el papel de asbesto, en la siguiente forma: Se coge el papel con las pinzas y se sumerge la mitad del papel en la solución, luego se seca suavemente a la llama y se repite de nuevo hasta que toda la solución sea absorbida.

8.15.3.6 Se seca el papel y se somete a la llama moderada (8 a 10 cm de altura) de un mechero Bunsen manteniendo una buena mezcla de aire.

8.15.3.7 Se apaga el mechero por un momento y luego se prende

de nuevo de manera que la corriente de gas no quemado se desplace sobre el papel de asbesto caliente mantenido en posición vertical.

8.15.4 Expresión de Resultados

8.15.4.1 Si el papel (punto 8.15.3.7) tiene brillo, esto indica la presencia de platino o alguno de los otros metales, excepto osmio o rutenio, en una cantidad superior al límite permitido (0,00002%).

8.16 METODO DE GUTZEIT MODIFICADO
(ENSAYO CUANTITATIVO PARA EL ARSENICO)

8.16.1 Equipo de Ensayo

8.16.1.1 Aparatos

8.16.1.1.1 Aparato según se muestra en la figura 1.

8.16.1.1.2 Aparato de destilación { retorta
condensador
frascos grandes

8.16.1.2 Reactivos

8.16.1.2.1 Solución patrón de arsénico, la cual se prepara de la siguiente manera:

8.16.1.2.1.1 Se disuelve 1 g de anhídrido arsenioso resublimado (As_2O_3) en 25 ml de solución de hidróxido de sodio al

20% (libre de arsénico) y se neutraliza con ácido sulfúrico diluido.

- 8.16.1.2.1.2 Se agrega 10 ml de ácido sulfúrico al 95%
- 8.16.1.2.1.3 Esta solución se diluye con agua destilada hasta un volumen de 1 l
- 8.16.1.2.1.4 Se toman 10 ml de esta solución y se diluyen nuevamente con agua destilada hasta un volumen de 1 litro, que equivale a 0,01 mg de As_2O_3 .
- 8.16.1.2.1.5 Se toman 100 ml de esta solución y se diluyen con agua destilada hasta un volumen de 1 litro, conteniendo la misma proporción de ácido.
- 1 ml de esta solución contiene 0,001 mg de As_2O_3 y constituye la solución patrón.
- 8.16.1.2.2 Papeles patrón de arsénico, los cuales se preparan de la siguiente manera:
- 8.16.1.2.2.1 En el aparato pequeño de Gutzeit se ponen las cantidades de reactivos de acuerdo a la tabla II y procediendo exactamente como para una determinación común.
- Estos papeles permiten determinaciones de As_2O_3 entre los límites de 0,001 a 0,02 mg.

APARATO DE GUTZEIT	Cantidades de As_2O_3 (mg)	ml de solución * Patrón de As_2O_3
Pequeño, para dete <u>r</u> minación de As_2O_3 entre los límites: - 0.001 a 0.02 mg. V_0 lumen de la solución = 50 ml. 25 mg de cinc en granos (Zn)	0,001	1
	0,002	2
	0,004	4
	0,005	5
	0,006	6
	0,010	10
	0,015	15
	0,020	20
	0,025	25

* 1 ml = 0,001 mg

8.16.1.2.2.2. Las tiras de papel coloreadas se impregnan en parafina fundida libre de humedad y en seguida se pegan en una hoja de papel blanco, en orden creciente.

8.16.1.2.2.3 Esta hoja se enrolla en forma de cilindro, de manera que las tiras coloreadas queden hacia afuera.

8.16.1.2.2.4 Este cilindro se coloca en un frasco cilíndrico bien seco, usando un poco de anhídrido fosfórico o lacre como humectante.

- 8.16.1.2.2.5 Estos patrones se guardan en la oscuridad, para evitar que se decoloren.
- 8.16.1.2.3 Papel sensibilizado al cloruro mercúrico, el cual se prepara de la siguiente manera:
- 8.16.1.2.3.1 Se toman trozos de papel de filtro hechos en papel N^o 0, de 30 x 30 cm y se cortan en cuatro partes iguales.
- 8.16.1.2.3.2 Se sumergen en una solución de cloruro mercúrico, la cual debe contener 0,35% de cloruro mercúrico (en aparatos pequeños de Gutzeit)
- El papel debe ser completamente uniforme en su espesor y estructura ya que las irregularidades hacen que el reactivo se fije desigualmente produciendo irregularidades en la coloración.
- 8.16.1.2.3.3 Cuando el papel esté seco, se corta en tiros de 12 cm x 2,5 mm y se guarda en tubos de ensayo o frascos perfectamente tapados y secos.
- 8.16.1.2.4 Solución de sulfato férrico amónico - - - - -
($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$). La cual se obtiene mezclando 84 g de este compuesto con 10 ml de ácido sulfúrico y di

- solviendo en agua destilada hasta completar 1 l.
- 10 ml de esta solución contienen aproximadamente --
0,5 g de Fe_2O_3 (óxido férrico).
- 8.16.1.2.5 Solución de acetato de plomo al 1% en agua destilada,
conteniendo ácido acético en cantidad suficiente para
que permanezca transparente.
- 8.16.1.2.6 Gránulos de zinc (Zn) libres de arsénico, de 4 a 8 mm,
tratados con ácido clorhídrico q.a hasta que la superfi
cie quede completamente limpia y brillante. En segui
da se lavan bien con agua destilada y se guardan en un
frasco bien tapado, cubiertos de agua.
- 8.16.1.2.7 Mezcla ácida, la cual se prepara diluyendo un volumen
de ácido sulfúrico concentrado libre de arsénico, con
cuatro volúmenes de agua destilada y se le agregan 10 g
de cloruro de sodio por cada 10 ml de solución.
- 8.16.1.2.8 Solución de cloruro estañoso, la cual se obtiene disol -
viendo 80 g de cloruro estañoso en 100 ml de agua des
tilada conteniendo 5 ml de ácido clorhídrico concentra
do (densidad 1,2, libre de arsénico).

Esta solución debe prepararse en el momento de efectuar la determinación.

8.16.1.2.9 Acido clorhídrico libre de arsénico, se obtiene de la siguiente manera:

8.16.1.2.9.1 Acido clorhídrico comercial se trata con clorato de potasio para oxidar el arsénico al máximo.

8.16.1.2.9.2 El ácido clorhídrico se destila en un aparato que consta de una retorta unida a un condensador que a su vez se conecta a un frasco grande y este se encuentra unido a otros frascos semejantes donde se recibe el destilado. El ácido clorhídrico concentrado se hace gotear lentamente en la retorta.

8.16.1.2.9.3 Papel reactivo al acetato de plomo, el cual se obtiene mojando hojas de papel de filtro (para análisis cualitativo) en una solución de acetato de plomo y se secan. Estas hojas se cortan en tiras de 7 x 5 cm y se conservan en frascos bien tapados.

Al hacer análisis debe comprobarse que los reactivos de que está impregnado el papel estén libres de arsénico.

Este papel se utiliza para quitar las trazas de disulfuro de hidrógeno (H_2S) que pudieran contener los diferentes reactivos y soluciones.

8.16.2 Material a Ensayar

8.16.2.1 El material a ensayar consiste en ácido sulfúrico.

8.16.3 Procedimiento

8.16.3.1 Se pesan exactamente más o menos 10 g de H_2SO_4 de los grados A y B, y 5 g del grado C, y se colocan en el frasco del aparato de Gutzeit.

8.16.3.2 Se diluye en agua destilada hasta 50 ml, se agregan 2 ml de la solución de sulfato férrico amónico y 0,5 ml de la solución de cloruro estañoso.

8.16.3.3 Se prepara el aparato de Gutzeit con el papel y la solución de acetato de plomo y con la tira de papel sensibilizado al cloruro mercúrico.

8.16.3.4 Se agregan los granos de zinc, se tapa el frasco con el resto del aparato.

8.16.3.5 Se agita el aparato de tiempo en tiempo para que la reacción ocurra regularmente, procurando mantener la temperatura entre 25 y 27 °C (se sumerge el aparato en

agua fría o caliente según el caso) durante una hora.

En caso de que la mancha del papel sensibilizado no cambie en intensidad y tamaño, se prolonga por 40 minutos más, hasta que la mancha se estabilice.

8.16.3.6 Se saca la tira del papel sensibilizado, se sumerge en parafina fundida y se compara con el patrón.

8.16.4 Expresión de Resultados

El porcentaje de anhídrido arsenioso (As_2O_3) se puede determinar con la siguiente fórmula:

$$\% As_2O_3 = \frac{1000 E}{P}$$

donde:

E = g de As_2O_3 en el patrón igualado por la muestra

P = peso de la muestra tomada

9 MARCADO, ROTULADO Y EMBALAJE

9.1 Cada recipiente deberá ir marcado con las siguientes inscripciones:

"PELIGRO: CAUSA QUEMADURAS"

Debe evitarse contacto con los ojos, la piel y telas.

En caso de algún contacto con la piel, lávese con abundante

dante agua durante 15 minutos. En caso de algún con
tacto con los ojos acuda al médico inmediatamente.
No añada agua al recipiente para evitar reacciones
violentas.

10

RELACION CON OTRAS NORMAS

Federal Specification O-S-801 a

Standards Association of Australia N° C.60-1961

DGN K2-43 (Dirección General de Normas)

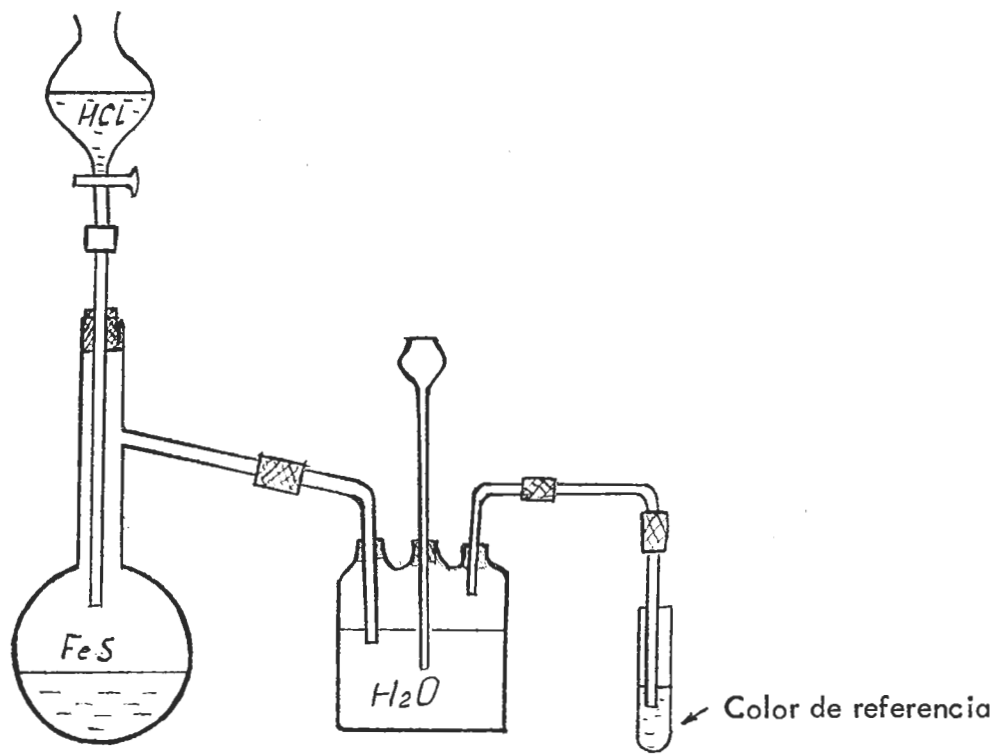


FIGURA 1

APARATO PARA LA GENERACION DEL H_2S

APENDICE 1

Generación de Sulfuro de Hidrógeno (H_2S)

El H_2S se puede generar a partir del sulfuro ferroso, el cual al reaccionar con HCl diluido $\sim 1N$, reacciona para dar el H_2S y H_2 . Este último producido por la reacción entre el ácido y el hierro elemental presente como impureza en el producto comercial de FeS .

El aparato empleado para generar el gas está ilustrado en la figura 1. A causa de lo venenoso del sulfuro de hidrógeno debe realizarse la reacción bajo una campana extractora.

Otra fuente de suministro de H_2S contenidos en cilindros.

A P E N D I C E 2

Preparación y valorización de una solución aproximadamente 1N, parcialmente libre de carbonato.

Se lavan las barritas de NaOH p.a con agua destilada, seguidamente se pesan aproximadamente 42 g de NaOH y se disuelven en 1 l de agua, se guarda la solución resultante en un frasco (preferentemente de polietileno) bien cerrado. Por último se titula el hidróxido de sodio con HCl valorado y utilizando heliantina como indicador.

Otro método alternativo para preparar la solución de NaOH libre de NaCO_3 ; es a partir del sodio metálico, ello se consigue haciendo reaccionar 23 g de Na metálico en 1 l de agua destilada previamente hervida. Sin embargo este método es peligroso, ya que la reacción es explosiva, a tal fin debe agregarse el Na en trocitos no mayores de 0,5 g y mantener el agua en un baño refrigerante de hielo-sal.

La normalidad del NaOH se calcula por la siguiente expresión:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

donde:

N_{NaOH} = normalidad del NaOH en eq/l

N_{HCl} = normalidad del HCl empleado

V_{HCl} = volumen de ácido clorhídrico empleado en la titulación

V_{NaOH} = volumen de la solución de NaOH titulada.

El HCl empleado para la titulación se prepara a partir de 100 ml de HCl, de una gravedad específica de 1,16 y diluido a 1 l, luego se valora con carbonato de sodio, el cual se ha pretratado calentándolo durante 2 horas, en

.../cont. Apéndice 2

una estufa a una temperatura de 120°C y enfriado en un desecador.

La titulación se lleva a cabo pesando aproximadamente 1,33 g de NaCO_3 el cual se transvasa a una fiola de 100 ml y se agregan aproximadamente 10 ml de agua destilada hervida previamente y 2 gotas de solución indicadora de he- liantina, por último se titula con el HCl preparado. El cálculo de la normali- dad se realiza por la siguiente expresión:

$$N_{\text{HCl}} = \frac{m}{V_{\text{HCl}}} \times 18,87 \text{ eq/l}$$

donde:

N_{HCl} = normalidad del HCl en eq/l

m = masa de $\text{Na}_2 \text{CO}_3$ pretratado expresada en gramos

V_{HCl} = volumen de HCl empleado en la titulación expresada en ml.

A P E N D I C E 3

Preparación de una solución aproximada de KMnO_4 0,1N.

Se pesa de 3,2 a 3,5 gr de permanganato de potasio, sobre un vidrio de reloj, se pasa a un vaso de precipitados de 1,5 litros, se agrega 1 litro de agua destilada, se cubre el vaso con un vidrio de reloj, se calienta la solución a ebullición, se hierve suavemente durante 30 minutos y se deja enfriar a temperatura ambiente. Se filtra mediante un embudo provisto de un tapón de lana de vidrio, purificado, o por un crisol filtrante de porcelana de vidrio poroso (porosidad N^o 4). Se recoge el filtrado en un recipiente, que se ha lavado con mezcla sulfocrómica, y luego, repetidas veces con agua destilada. La solución filtrada debe conservarse en frasco limpio, con tapa esmerilada, y mantenerla en la oscuridad o en luz difusa, o bien, se conserva en frasco de vidrio de color ambar. (La luz cataliza la desproporción de KMnO_4). A continuación debe valorizarse dicha solución mediante el siguiente método:

Valorización del KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Se seca en un pesafiltros aproximadamente 1 g de oxalato sódico a (105 - 110) °C, durante dos horas y se lo deja enfriar en un desecador.

Se pesa por diferencia al 0,1 mg, del pesafiltros, aproximadamente 0,3 g de oxalato de sodio seco; se pasa a un vaso de precipitados de 600 ml, y se agregan 240 ml de agua y 12,5 ml de H_2SO_4 concentrado.

Se enfría a (25 - 30) °C y se agita hasta disolución del oxalato. Se agrega el (90-95) % de la capacidad requerida de solución de permanganato, mediante bureta, a una velocidad de (25 - 35) ml por minuto, mientras se agita lenta-

.../cont. Apéndice 3

mente. Se calienta a $(55 - 60)^{\circ}\text{C}$ y se termina la titulación agregando solución de permanganato hasta que persista el color rosa, durante 30 s.

La normalidad del permanganato viene dada por la expresión:

$$N = \frac{P}{V} \times 14,925$$

donde:

V = volumen en ml de KMnO_4 empleados en la titulación.

P = peso de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ utilizado en la titulación expresado en g.

A P E N D I C E 4

Solución de yodo 0,01 normal.

Previamente a la preparación de la solución debe purificarse el yodo mediante la siguiente técnica.

Se pulverizan 10 g de yodo con 4 g de yoduro de potasio, para retener el cloro y el bromo como sales de potasio, no volátiles, y 2 g de cal viva, (CaO anhidro) para retener el agua y se pasa la mezcla a una cápsula; se coloca un balón casi lleno con agua fría sobre la cápsula. Se calienta muy suavemente hasta que se haya sublimado una cantidad suficiente de yodo en el fondo del balón y se lo retira con el yodo que tiene adherido. Se reemplaza el agua caliente del balón por agua fría, con lo que se contrae algo el vidrio y toda la costra se puede separar, raspando con una varilla limpia de vidrio, recogéndolo sobre un vidrio de reloj. Se rompen los trozos grandes y se repite la sublimación sin agregar más yoduro de potasio. Se separa el segundo sublimado como antes y se pulveriza el yodo en un mortero de vidrio. Se seca en un desecador que contenga cloruro de calcio; no debe haber grasa en el interior del secador.

En la preparación de la solución 0,01N de yodo sigue el siguiente método:

Se pesa al 0,1 mg un pesafiltros con tapa conteniendo 2 - 2,5 g de yoduro de potasio, libre de yodato y 0,5 ml de agua, luego se destapa rápidamente el pesafiltro y se agregan aproximadamente pesando al 0,1 mg (el peso del yodo se conoce por diferencia).

.. /cont. Apéndice 4

El pesafiltro se introduce en una fiola de 500 ml conteniendo 300 ml de agua y 2 g .

Se procede de modo que manteniendo la fiola inclinada el pesafiltros resbala hasta el fondo del frasco, pero cuando se lo va a dejar caer, se le saca la tapa y también se lo deja caer al fondo, luego debe transvasarse el contenido líquido de la fiola cuantitativamente a un matríz aforado de 1 litro enrasando con agua destilada.

La normalidad de la solución de yodo así preparada se calcula por la --- expresión:

$$N = \frac{A - B}{126,9} \frac{\text{equivalentes}}{l}$$

donde:

A es el peso del pesafiltros después de agregar el yodo resublimado

B el peso del pesafiltros antes de agregarlo.

NOTA: el procedimiento empleado no es muy recomendable siendo preferible titulación del SO_2 por retroceso empleandose una solución 0,01N de tío sulfato de sodio para titular el exceso de yodo.

A P E N D I C E 5

Preparación y empleo de la solución de almidón.

Se hace una pasta con 1 g de almidón soluble y una pequeña cantidad de agua y se agrega con agitación continuada, 100 ml de agua a ebullición y se hace hervir durante un minuto.

Se deja enfriar y se agrega 3 g de yoduro de potasio. Esta solución debe conservarse durante un largo período, bajo una capa de tolueno, en frasco cerrado.

También se pueden agregar 0,1 g de timol a los 100 ml de agua a ebullición, antes de efectuar la mezcla con el almidón; así la solución se conserva por varios meses. Al igual se puede utilizar también como estabilizador de la solución de almidón unos mg de yoduro mercúrico.

COVENIN
897 - 77

CATEGORIA
F

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de



CDU: 661.25.621.355.2

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
