
NORMA CUBANA

NC

763: 2010

**ÁCIDO SULFÚRICO — DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE
LA ACIDEZ TOTAL**

Sulfhuric acid — Volumetric determination of total acidity

ICS: 71.060.30; 71.060.40

1. Edición Mayo 2010
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 763: 2010

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por la Dirección de Normalización de la Oficina Nacional de Normalización y presenta, en el formato vigente para las Normas Cubanas y bajo una nueva numeración, el contenido de la NC 23-04: 1968 de igual título, a la cual sustituye.
- Presenta, con relación a la citada versión de 1968, algunas correcciones en la escritura de unidades de medida conforme a las normas vigentes en la materia.

© NC, 2010

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

ÁCIDO SULFÚRICO — DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE LA ACIDEZ TOTAL**1 Objeto**

Esta norma establece el método de ensayo volumétrico para la determinación de la acidez total en ácido sulfúrico con una concentración inferior y superior al 98 % m/m, expresada como H_2SO_4 .

2 Fundamento del método

Se valora volumétricamente la acidez por medio de solución de hidróxido de sodio, en presencia de rojo de metilo como indicador.

3 Reactivos

Se emplearán productos químicos analíticos de calidad p.a., según NC 727 y agua para análisis según NC-ISO 3696.

3.1 Hidróxido de sodio, solución 0,5 N. Debe conocerse la normalidad exacta de esta solución.

3.2 Hidróxido de sodio, solución N. Debe conocerse la normalidad exacta de esta solución.

3.3 Rojo de metilo, solución indicadora, 1 g/L en alcohol etílico

3.4 Peróxido de hidrógeno, 60 g/L. La solución debe ser neutra al rojo metilo (3.3)

4 Aparatos

4.1 Frasco con tapón esmerilado y cuello de 30 mm de diámetro con una capacidad de 500 mL.

4.2 Ámpula esférica de vidrio, de pared delgada, con 20 mm de diámetro y con tubo capilar de unos 60 mm de longitud (véase Fig. 1).

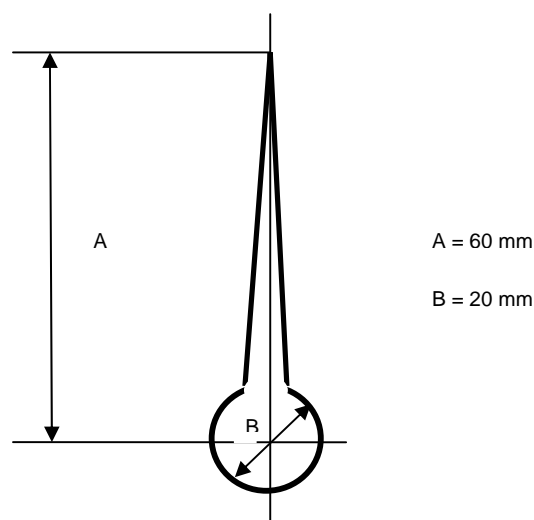


Figura 1

4.3 Pipeta ondulada, de 20 cm a 25 cm de longitud y aproximadamente 2 mm de diámetro interior, con el extremo más largo terminado en punta, para pesar una muestra de ensayo de aproximadamente 1 g (véase Figura 2).

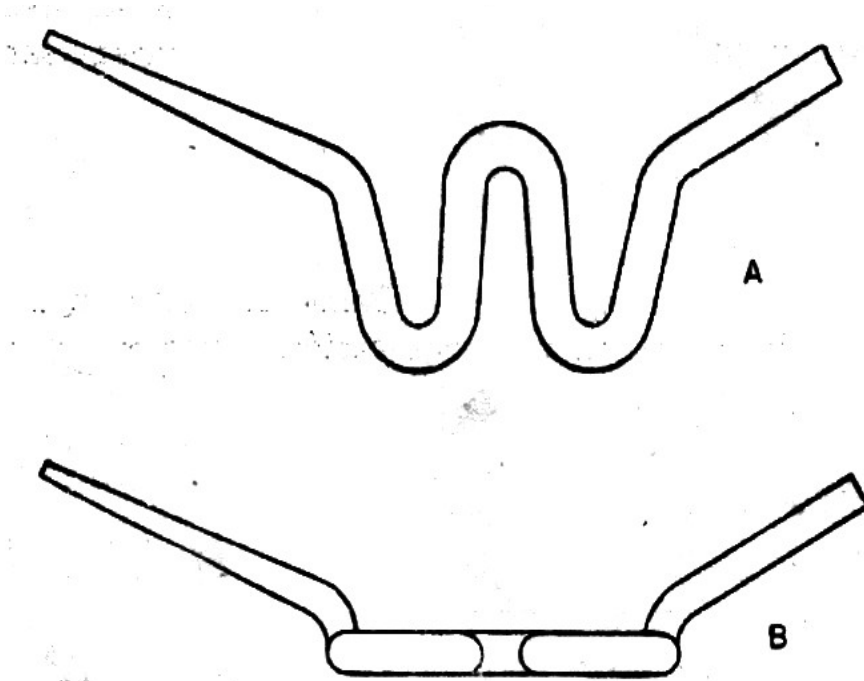


Figura 2

4.4 Bureta de 50 mL, graduada en 0,05 mL

4.5 Erlenmeyer de 500 mL de capacidad, con tapón esmerilado

4.6 Cápsula de porcelana de 400 mL de capacidad aproximada

5 Procedimiento

5.1 Ácido sulfúrico con concentración igual o menor de 98 % m/m

5.1.1 Muestra de ensayo: Se determina la masa, aproximadamente a 1 g de la muestra, con aproximación de 0,1 mg, en una pesa filtro, previamente seca y tarada.

5.1.2 Determinación: Se transfiere cuantitativamente la muestra (5.1.1) a un Erlenmeyer (4.5) que contenga aproximadamente 300 mL de agua, se añaden 5 mL de solución de peróxido de hidrógeno (3.4) y se calienta suavemente por espacio de 10 minutos; se deja enfriar y se añaden 2 gotas de solución indicadora (3.3), valorando hasta el punto final con solución de hidróxido de sodio (3.1).

5.1.3 Expresión de los resultados

La acidez total expresada como H_2SO_4 , se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$A = V \times 0,04904 \times N / M$$

Donde:

A es la acidez total expresada como H_2SO_4 en % m/m

V es el volumen de la solución de hidróxido de sodio (3.1) usada en la valoración, en mL

0,04904 es el miliequivalente-gramo del H_2SO_4

N es la normalidad exacta de la solución de hidróxido de sodio (3.1)

M es la masa de la muestra de ensayo en g

5.2 Ácido sulfúrico con concentración superior al 98 % m/m (óleum)

5.2.1 Muestra de ensayo y preparación de la misma: Se mezcla cuidadosamente la muestra agitando su contenido. Si el ácido está prácticamente cristalizado, se calienta ligeramente hasta que la muestra se disuelva; entonces se mezcla cuidadosamente otra vez.

Se llena el frasco (4.1) con la muestra de ensayo.

La determinación de la masa de la muestra de ensayo se hará, referentemente, utilizando el ámpula esférica o también usando la pipeta ondulada.

a) **Ámpula esférica:** Se calienta ligeramente a la llama el bulbo del ámpula (4.2), previamente tarada con aproximación de 0,1 mg. Se sumerge el extremo capilar del ámpula en el frasco (4.1) y se debe asegurar que el bulbo se llena aproximadamente las dos terceras partes de su volumen durante el enfriamiento del ámpula (2 mL - 3 mL aproximadamente).

Se invierte el ámpula y se limpia cuidadosamente el tubo capilar con papel de filtro.

Se sella la extremidad capilar del ámpula en una llama oxidante, sin pérdida de vidrio; se deja enfriar, se lava el tubo capilar y se seca cuidadosamente con papel de filtro.

Se determina la masa al ámpula con aproximación de 0,1 mg y se calcula por diferencia la masa de la muestra tomada.

Cuidadosamente se coloca el ámpula con la muestra en un Erlenmeyer (4.5) conteniendo 300 mL de agua fría. Se tapa el erlenmeyer y se agita para romper el ámpula, enfriando durante esta operación. Se mantiene el enfriamiento y la agitación, hasta que los vapores sean completamente absorbidos. Se quita la tapa y se lava la misma con agua, recogiéndose los lavados en erlenmeyer.

Por medio de una varilla de vidrio se destruyen los fragmentos del ámpula, y en particular el tubo capilar, el cual puede quedar intacto después de la agitación.

Se retira la varilla lavándola con agua, y se recogen los lavados en el mismo erlenmeyer; se transfiere cuantitativamente la solución a un frasco volumétrico de 500 mL, se diluye hasta la marca y se mezcla totalmente. Se toman 100,0 mL de esta solución para la cápsula (4.6).

b) **Pipeta ondulada:** Se coloca la pipeta ondulada (4.3), previamente tarada, con el extremo terminado en punta en la muestra. Se llena la pipeta aplicando succión en el extremo opuesto mediante bulbo de goma o cualquier otro medio de succión mecánica, y se seca cuidadosamente con papel de filtro.

Se determina la masa de la pipeta con aproximación de 0,1 mg y se calcula por diferencia la masa de la muestra tomada.

En una cápsula (4.6) conteniendo 150 mL de agua fría, se introduce la extremidad más larga de la pipeta y se conecta el otro extremo a un tubo de goma con el objeto de descargar la pipeta haciéndole llegar una corriente de agua destilada, regulada por medio de una pinza.

En la descarga de la pipeta es necesario que la corriente de agua sea lenta, de forma que se disuelva todo el SO_3 sin que se produzcan pérdidas de vapores blancos.

Al final, se pasa una corriente de agua prolongada para lavar bien la pipeta.

5.2.2 Determinación

La forma de operar que se señala a continuación es similar, independientemente del método seguido en 5.2.1.

Se añade en la cápsula (4.6) 5 mL de solución de peróxido de hidrógeno (3.4) y se calienta suavemente por espacio de 10 min. Se deja enfriar, se añaden 2 gotas de la solución indicadora (3.3) y se valora hasta el punto final con solución de hidróxido de sodio (3.2).

5.2.3 Expresión de los resultados

La acidez total expresada como H_2SO_4 se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$A = V \times 0,04904 \times N \times 100 (*) / M$$

Donde:

A es la acidez total expresada como H_2SO_4 en % m/m

V es el volumen de la solución de hidróxido de sodio (3.2) usada en la valoración, en mL

0,04904 es el miliequivalente-gramo del H_2SO_4

N es la normalidad exacta de la solución de hidróxido de sodio (3.2)

M es la masa de la muestra de ensayo, en g

(*) En el caso de operar de acuerdo con 5.2.1, se multiplicará por 5.