



NORMA MEXICANA

NMX-F-296-SCFI-2011

**INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA -
DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE YODO EN MUESTRAS
DE CARBONES ACTIVADOS EMPLEADOS EN LA
REFINACIÓN DE AZÚCAR**

**SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY - DETERMINATION OF
IODINE IN NUMBER OF SAMPLES OF ACTIVATED CARBONES
USED IN THE REFINING SUGAR**



PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CÁMARA NACIONAL DE LAS INDUSTRIAS AZUCARERA Y ALCOHOLERA
- CLARIMEX, S.A. DE C.V.
- FILTRANTES Y REFACCIONES INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- PROFILQUIM DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE AGRÍCULTURA, GANADERÍA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN.
Dirección General de Fomento a la Agricultura.
Comité Técnico de Normalización Nacional de Productos Agrícolas y Pecuarios.
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA.
Dirección General de Normas.
- UNIÓN NACIONAL DE CAÑEROS A.C. – C.N.P.R.
- UNIÓN NACIONAL DE PRODUCTORES DE CAÑA DE AZÚCAR, C.N.C., A.C.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.
Facultad de Química.



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	DEFINICIONES	2
3	FUNDAMENTO	2
4	REACTIVOS Y MATERIALES	2
5	INSTRUMENTOS	4
6	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA	4
7	PROCEDIMIENTO	6
8	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	8
9	VIGENCIA	10
10	BIBLIOGRAFÍA	10
11	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	11



NORMA MEXICANA

NMX-F-296-SCFI-2011

INDUSTRIA AZUCARERA Y ALCOHOLERA - DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE YODO EN MUESTRAS DE CARBONES ACTIVADOS EMPLEADOS EN LA REFINACIÓN DE AZÚCAR

**SUGAR AND ALCOHOL INDUSTRY - DETERMINATION OF
IODINE IN NUMBER OF SAMPLES OF ACTIVATED CARBONES
USED IN THE REFINING SUGAR**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

La presente norma mexicana establece el método para determinar el número de yodo en muestras de carbones activados de cualquier origen empleados en la refinación de azúcar.

2 DEFINICIONES

Para los propósitos de la norma mexicana se establecen las siguientes definiciones:

2.1 Número de yodo:

Son los miligramos de yodo adsorbidos por 1 g de carbón activado, cuando la concentración residual es de 0,02 N.



2.2 Carbón Activado:

Tipo de carbón obtenido a partir de diferentes materiales carbonosos (alto contenido de carbón), los cuales al ser sometidos a un proceso de activación (físico o químico) dan como resultado un material extremadamente poroso, lo que lo convierte en un excelente adsorbente, ideal para eliminar impurezas que causan color, olor o sabor indeseables.

3 FUNDAMENTO

Este método se basa en la cuantificación del yodo adsorbido por el carbón activado, titulando con tiosulfato de sodio, el exceso de yodo de una solución.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

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

- Ácido clorhídrico;
- Yodo, cristales sublimados;
- Tiosulfato de sodio;
- Yodato de potasio, estándar primario;
- Carbonato de sodio;
- Cloruro de sodio;
- Almidón, y
- Ácido acético glacial.



4.2 Materiales

- Matraz Erlenmeyer con junta 24/40 de 250 mL con tapón;
- Pipetas volumétricas de 10 mL, 25 mL y 50 mL;
- Pinzas para matraz Erlenmeyer;
- Bureta de 50 mL;
- Papel filtro de poro medio;
- Embudo de tallo corto;
- Matraz Erlenmeyer de 125 mL;
- Espátula;
- Perilla;
- Pinzas para bureta;
- Soporte universal;
- Cápsulas de aluminio;
- Matraces aforados de 1000 mL;
- Frascos opacos, y
- Frascos color ámbar.



5 INSTRUMENTOS

- Balanza con sensibilidad de $\pm 0,0001$ g máximo. Este instrumento debe contar con informe vigente de calibración y/o verificación con patrones certificados;
- Estufa eléctrica, con termómetro y control de temperatura, y
- Parrilla eléctrica.

6 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

6.1 Tamizar el carbón a través de malla 325 US hasta que el 95 % de la muestra pase y luego recolecte el carbón (Véase Nota 1).

NOTA 1: Si se trata de una muestra de carbón granular, moler éste primero en la licuadora.

6.2 Secar la muestra colectada.

6.3 Preparación de soluciones

6.3.1 Solución de ácido clorhídrico al 5 % en peso

A 550 mL de agua adicionar 70 mL de ácido clorhídrico concentrado y mezclar perfectamente.

6.3.2 Solución de Yodo 0,1000 +/- 0,0010 N

6.3.2.1 Disolver 19,1 g de yoduro de potasio, KIO_3 , y 12,7 g de yodo, en agua. Esto se realiza empleando pequeñas cantidades de agua hasta que los cristales queden completamente disueltos; la operación puede tomar un mínimo de 2 hrs.

6.3.2.2 Aforar la solución a 1 litro con agua en un matraz volumétrico. Es importante para la prueba que la relación en peso de yoduro y yodo este a razón de 1,5:1 de la solución estándar de yodo (Véase Nota 2).



- NOTA 2:** Esta solución debe almacenarse en frasco de vidrio color ámbar.
- 6.3.3** Solución de yodato de potasio 0,1 N: Pesar 3,5667 g de yodato de potasio, KIO_3 previamente secado a 110 °C durante 2 hrs. Disolver en agua y transferir a un matraz volumétrico de un litro y aforar (Véase Nota 3).
- NOTA 3:** Almacenarse en frasco con tapa.
- 6.3.4** Solución de tiosulfato de sodio 0,1 N: En un matraz volumétrico de 1 litro, disolver 24,82 g de tiosulfato de sodio, ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), en agua, adicionar 0,1 g de carbonato de sodio y aforar a 1 litro. Transferir a un recipiente de plástico opaco (Véase Nota 4).
- NOTA 4:** Dejar reposar la solución por 5 días antes de valorarla.
- 6.3.5.1** Solución de almidón: Disolver 5 g de almidón y 10 g de cloruro de sodio, en 100 mL de agua, agregar 10 mL de ácido acético 1:1 en volumen y aforar a 1 litro. Hervir la solución y filtrar a vacío a través de papel Whatman del No.1 y dejar enfriar.
- 6.3.6** Estandarización de soluciones:
- 6.3.7** Solución de tiosulfato de sodio 0,1 N:
- 6.3.7.1** Pipetear 25 mL de yodato de potasio 0,1 N, KIO_3 , en un matraz Erlenmeyer, adicionar 2 g de yoduro de potasio (KI), agitar la solución hasta disolver los cristales de yoduro de potasio. Adicionar 5 mL de ácido clorhídrico concentrado y titular el yodo libre con la solución de tiosulfato de sodio hasta tener una coloración amarilla clara. Agregar gota a gota hasta decolorar la solución.



6.3.7.2 Hacer la valoración por duplicado y calcular promedio:

$$\text{Normalidad de tiosulfato} = \frac{(\text{mL de yodato}) (\text{normalidad})}{(\text{mL de tiosulfato gastados})}$$

6.3.8 Solución de Yodo 0,1000 +/- 0,001 N:

6.3.8.1 Pipetear 25 mL de la solución de yodo en un matraz Erlenmeyer y titular con la solución estandarizada de tiosulfato de sodio hasta que la solución valorada obtenga un color amarillo claro.

6.3.8.2 Adicionar unas gotas de indicador de almidón y continuar la valoración agregando gota a gota hasta decolorar la solución:

$$\text{Normalidad de yodo} = \frac{(\text{mL de tiosulfato}) (\text{normalidad})}{(\text{mL de yodo valorados})}$$

7 PROCEDIMIENTO:

7.1 Pesar el equivalente de gramos de carbón, en base seca, de acuerdo con el número de yodo reportado en la Tabla 1, con aproximación de miligramos. Colocar en el Matraz Erlenmeyer de 250 mL, pipetear 5 mL de HCl al 5 % en peso dentro del matraz. Agitar cuidadosamente la muestra hasta que el carbón este completamente húmedo; llevar a ebullición la muestra durante 30 seg y enfriar a temperatura ambiente (Véase Nota 5 y Nota 6).

NOTA 5: Para que el resultado no se vea alterado, evitar que por efecto de la ebullición se pierda parte de la muestra.

NOTA 6: La muestra se hierve con HCl, para remover el sulfito el cual puede interferir con el análisis, si una muestra tiene un alto contenido de sulfuro, se deberá emplear más HCl.



TABLA 1.- Número de yodo estimado

No. de yodo estimado (mg/g)	Peso base seca (g)
200-500	1,50
500-600	0,85
600-700	0,75
700-950	0,65
Mayor de 950	0,48

- 7.2** Tener preparado un vaso limpio y seco, un embudo y el papel filtro de poro medio antes del paso 7.5 para no perder tiempo.
- 7.3** Tomar 50 mL de la solución de yodo 0,1 N en el matraz.
- 7.4** Después de añadida la solución de yodo, tapar inmediatamente el matraz y agitar vigorosamente durante 30 seg., después filtrar rápidamente por gravedad a través de papel filtro de poro medio.
- 7.5** Emplear los primeros 15 mL de filtrado para enjuagar la pipeta del paso 7.7, descartar el enjuague. Emplear un vaso limpio para recolectar el filtrado restante. La solución debe haber sido filtrada completamente después de descartar el enjuague.
- 7.6** Mezclar el filtrado rotando suavemente el vaso.
- 7.7** Pipetear 25 mL del filtrado en un matraz Erlenmeyer de 125 mL limpio y seco.
- 7.8** Titular con la solución estandarizada de tiosulfato de sodio 0,1 N hasta que la muestra valorada obtenga una coloración amarilla pálida.
- 7.9** Adicionar unas gotas de indicador de almidón.
- 7.10** Continuar la titulación, agregando gota a gota hasta decolorar la solución con el tiosulfato de sodio.
- 7.11** Registrar el volumen de tiosulfato gastado.



8 EXPRESIÓN DE RESULTADOS:

8.1 Cálculo del número de yodo:

La capacidad de un carbón para cualquier adsorbato depende de la concentración del adsorbato que está en contacto con el carbón. La concentración del filtrado debe ser conocida o especificada de modo que se puedan emplear pesos adecuados de carbón y así, la concentración final esté acorde con la definición. La cantidad de muestra a emplear en la determinación depende de la actividad del carbón. Si la normalidad del filtrado no está dentro del rango de 0,008 N a 0,0334 N, el procedimiento debe repetirse usando diferentes cantidades de carbón.

$$\frac{X}{M} = \frac{A - [(2,2 B) \text{ (mL gastados de tiosulfato)}]}{\text{(g de carbón empleados, base seca)}}$$

$$C = \frac{(N_2) \text{ (mL de tiosulfato gastados)}}{(25)}$$

$$\text{No. de yodo} = \left(\frac{X}{M}\right) (D)$$

Donde:

- A es el producto de (N₁) (6346,5);
- B es el producto de (N₂) (126,93);
- $\frac{X}{M}$ son los mg de yodo absorbidos por g de carbón;
- C es la normalidad residual del filtrado;
- N₁ es la normalidad de la solución del yodo;
- N₂ es la normalidad de la solución de tiosulfato de sodio;
- 2,2 es el factor de la alícuota cuando se emplea el HCl;
- D es el factor de corrección, (Véase Tabla 2), y



meq es la masa molar equivalente.

TABLA 2.- Factor de corrección:

NORMALIDAD RESIDUAL FILTRADO (C)	0.0000	0.0001	0.0002	0.0003	0.0004	0.0005	0.0006	0.0007	0.0008	0.0009
0.0080	1,1625	1,1613	1,1600	1,1575	1,1550	1,1538	1,1530	1,1500	1,1475	1,1463
0.0090	1,1438	1,1425	1,1400	1,1375	1,1363	1,1350	1,1325	1,1300	1,1288	1,1275
0.0100	1,1250	1,1238	1,1225	1,1213	1,1200	1,1175	1,1163	1,1150	1,1138	1,1113
0.0110	1,1100	1,1088	1,1075	1,1063	1,1038	1,1025	1,1000	1,0988	1,0975	1,0963
0.0120	1,0950	1,0938	1,0925	1,0900	1,0888	1,0875	1,0863	1,0850	1,0838	1,0825
0.0130	1,0800	1,0788	1,0775	1,0763	1,0750	1,0738	1,0725	1,0713	1,0700	1,0688
0.0140	1,0675	1,0663	1,0650	1,0625	1,0613	1,0600	1,0588	1,0575	1,0563	1,0550
0.0150	1,0538	1,0525	1,0513	1,0500	1,0488	1,0475	1,0453	1,045	1,0425	1,0425
0.0160	1,0413	1,0400	1,0388	1,0375	1,0375	1,0363	1,0350	1,0333	1,0325	1,0313
0.0170	1,0300	1,0288	1,0275	1,0263	1,0250	1,0245	1,0238	1,0225	1,0203	1,0200
0.0180	1,0200	1,0188	1,0175	1,0163	1,0150	1,0144	1,0138	1,0125	1,0125	1,0113
0.0190	1,0100	1,0088	1,0075	1,0075	1,0063	1,0050	1,0050	1,0038	1,0025	1,0025
0.0200	1,0013	1,0000	1,0000	0,9988	0,9975	0,9975	0,9963	0,9950	0,9950	0,9938
0.0210	0,9938	0,9925	0,9925	0,9913	0,9900	0,9900	0,9888	0,9875	0,9875	0,9963
0.0220	0,9863	0,9850	0,9850	0,9838	0,9825	0,9825	0,9813	0,9813	0,9800	0,9788
0.0230	0,9788	0,9775	0,9775	0,9763	0,9763	0,9750	0,9750	0,9738	0,9738	0,9725
0.0240	0,9725	0,9708	0,9700	0,9700	0,9688	0,9688	0,9675	0,9675	0,9663	0,9663
0.0250	0,9650	0,9650	0,9638	0,9638	0,9625	0,9625	0,9613	0,9613	0,9606	0,9600
0.0260	0,9600	0,9588	0,9588	0,9575	0,957	0,9563	0,9563	0,9550	0,9550	0,9538
0.0270	0,9538	0,9525	0,9525	0,9519	0,9513	0,9513	0,9506	0,9500	0,9500	0,9438
0.0280	0,9488	0,9475	0,9475	0,9463	0,9463	0,9463	0,9450	0,9450	0,9438	0,9438
0.0290	0,9425	0,9425	0,9425	0,9413	0,9413	0,9400	0,9400	0,9394	0,9388	0,9388
0.0300	0,9375	0,9375	0,9375	0,9363	0,9363	0,9363	0,9363	0,9350	0,9350	0,9346
0.0310	0,9333	0,9333	0,9325	0,9325	0,9325	0,9319	0,9319	0,9313	0,9300	0,9300
0.0320	0,9300	0,9294	0,9288	0,9288	0,9280	0,9275	0,9275	0,9275	0,9270	0,9270
0.0330	0,9263	0,9263	0,9257	0,9250	0,9250					

Ejemplo:

Normalidad de la solución de yodo, N_1 igual a 0,1001

Normalidad de la solución de tiosulfato, N_2 igual a 0,0991

Peso de carbón base seca es igual a 0,65 g

Volumen de tiosulfato gastado es igual a 5,8 mL

D es igual a 0,9788



$$\frac{X}{M} = \frac{\left[\left(0,1001 \frac{\text{meq}}{\text{mL}} \right) \left(126,93 \frac{\text{mg}}{\text{meq}} \right) (50 \text{ mL}) \right] - \left[2,2 \left(0,0991 \frac{\text{meq}}{\text{mL}} \right) \left(126,93 \frac{\text{mg}}{\text{meq}} \right) (5,8 \text{ mL}) \right]}{0,65 \text{ g}}$$

$$\frac{X}{M} = 730,43 \frac{\text{mg}}{\text{g}}$$

$$C = \frac{(0,0991)(5,80)}{25} = 0,023 \text{ N}$$

$$\text{No.de yodo} = (730,43) (0,9788) = 714,94 \frac{\text{mg}}{\text{g}}$$

8.2 Repetibilidad

La diferencia entre dos resultados sucesivos obtenidos con el mismo método, sobre materiales de prueba idénticos (misma solución) y bajo las mismas condiciones no debe exceder de 5 %. En caso contrario debe repetirse la determinación. El resultado final será el promedio de los dos resultados sucesivos de esta última.

9 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

10 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.



- ASTM D4607 - 94(1999) Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon, , ASTM International, West Conshohocken, www.astm.org
- ASTM D4607-94 (2006) Standar Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon, ASTM International, Mest Conshohocken, www.astm.org
- ASTM D4607 – 94(2011) Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon, ASTM International, West Conshohocken, www.astm.org

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna norma internacional, por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México, D.F., a

El Director General, **CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.