



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-D-253-1987

**INDUSTRIA AUTOMOTRIZ - ANTICONGELANTE /
REFRIGERANTE - CONTENIDO DE AGUA - METODO DE PRUEBA**

*AUTOMOTIVE INDUSTRY - ANTIFREEZE / COOLANT - WATER
CONTENT - TEST METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

INDUSTRIA AUTOMOTRIZ - ANTICONGELANTE / REFRIGERANTE -
CONTENIDO DE AGUA - METODO DE PRUEBA

AUTOMOTIVE INDUSTRY -ANTIFREEZE / COOLANT - WATER CONTENT - TEST
METHOD

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION.

Esta Norma Mexicana establece el método de prueba para la determinación del contenido de agua presente en el anticongelante / refrigerante usado en motores de combustión interna, bajo condiciones controladas de laboratorio.

2. REFERENCIA.

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-D-242 Industria Automotriz - Anticongelante / Refrigerante - Muestreo y preparación de soluciones acuosas.

3. DEFINICIONES.

Para los propósitos de esta norma se establecen las siguientes definiciones:

3.1 Contenido de agua.

Es la cantidad de agua presente en una muestra de anticongelante/refrigerante expresada en por ciento en masa.

3.2 Punto final electrometrico.

Es aquel punto de la titulación que resulta cuando se registra la despolarización por la adición de 0.05 ml de reactivo Fischer (6 mg de agua/ml) de un par de electrodos de platino o algún metal noble, causando un cambio de flujo de corriente de 10 a 20/ μ A y que persista por lo menos durante un periodo de 30 s.

3.3 Punto final de color.

Es aquel punto durante la titulación en que la solución cambia de color amarillo a rojo naranja, el cual es definido y fácil de repetir. El color rojo naranja puede persistir por lo menos 30 se indica un punto final.

6. APARATOS Y EQUIPO

6.1 Vaso de titulación.

6.1 .1 Para titulaciones del punto final de color, utilizar un matraz volumétrico de 100 a 250 ml de capacidad.

6.1 .2 Para titulaciones del punto final electrométrico.

6,1.2.1 Un matraz de 250 ml adaptado con electrodos intercambiables - (véase figura 1).

6.1.2.2 Un vaso de precipitado de 300 ml de forma alta y adaptado con electrodos provistos de un accesorio para taparlo herméticamente y proteger la muestra y el reactivo contra la humedad atmosférica; un agitador y medios adecuados para añadir la muestra y los reactivos, así como para remover la mezcla reaccionante gastada.

6.2 Electrodo.

Los electrodos deben ser de platino con una superficie equivalente a la de dos alambres de platino del N° 26, de 4.76 mm de longitud. Los alambres deben tener entre 3 y 8 mm de separación y convenientemente insertados en el matraz, de tal manera que los cubra el líquido reaccionante.

6 .3 Instrumento indicador de despolarización.

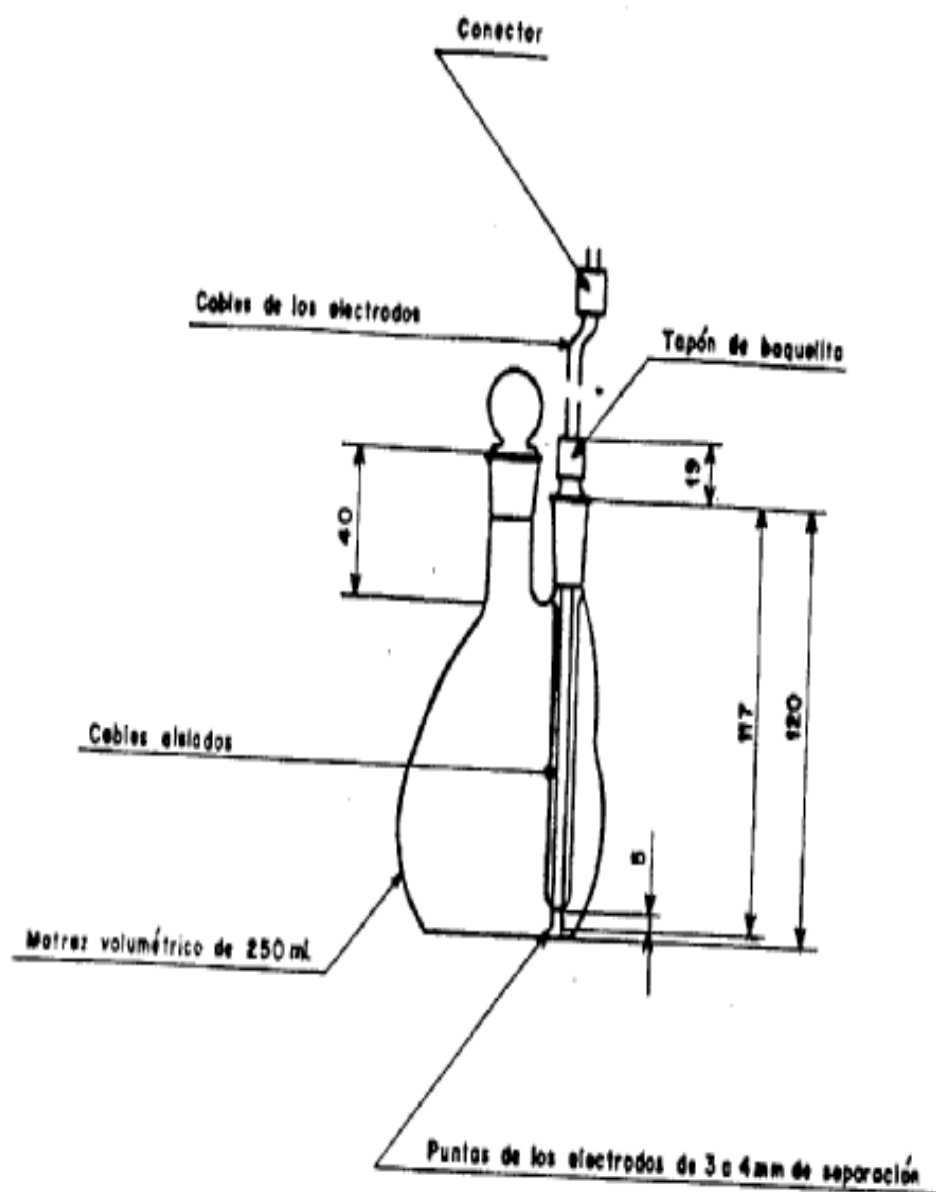
Con una resistencia interna menor de 5000 ohms, capaz de captar y manifestar voltajes entre 20 y 50 milivolts a través de los electrodos, así como de indicar un flujo de corriente de 10 a 20 microamperes, mediante un galvanómetro o un circuito sintonizador visual de radio.

6.4 Ensamble de bureta para el reactivo de Fischer, bureta de 25 a 50 ml conectada por uniones de vidrio (no se permiten de hule) a la fuente del reactivo. Todas las entradas y puntos de ventilación probables deben protegerse de la humedad atmosférica con tubos desecadores que contengan sulfato de calcio anhidro. Todos los tapones de vidrio y juntas esmeriladas deben lubricarse con un lubricante inerte ante el reactivo de Karl - Fischer (grasa siliconada de alto vacío).

6.5 Frasco para determinar la masa, tipo Lunge, Grethen o equivalente.

7. CONDICIONES DE LA PRUEBA Y PREPARACION DE LA MUESTRA.

7.1 Este método se debe llevar a cabo en una atmósfera no demasiado húmeda.



7.2 Se debe tener todo el cuidado posible de que la muestra sea representativa del total del material. Un mezclado vigoroso es obligatorio en el caso de que el anticongelante / refrigerante este compuesto de dos fases. Si las dos fases están presentes en la muestra, la fase insoluble en agua no debe mostrar separación.

8. PROCEDIMIENTO.

Estandarización del reactivo.

8.1.1 El reactivo Karl - Fischer se debe estandarizar diariamente, bien sea por el color o por el punto final electrométrico y utilizando el mismo procedimiento requerido para la titulación de la muestra.

8.1.2 Añadir a cada matraz, 25 ml de éter monoetílico de etilenglicol y titular como se describe en 8.2.

8.1.3 Añadir al solvente así titulado, en lugar de la muestra, 0.15 a 0.18g de agua, ya sea determinando la masa o empleando una pipeta calibrada o jeringa (véase tabla 1). Llevar a cabo la titulación con reactivo Fischer como se describe en 8.2.

8.1.4 Calcular el factor de equivalencia del reactivo en términos de contenido de agua por mililitro de reactivo requerido, como sigue:

$$F = \frac{A}{B}$$

Donde:

F = Factor de equivalencia en miligramos de agua por mililitro.

A = Miligramos de agua utilizada en la estandarización.

B = Mililitros de reactivo Karl - Fischer requeridos.

8.2 Titulación de la muestra.

8.2.1 Introducir en el matraz de titulación de 30 a 50 ml de solvente anhidro para la muestra; asegurándose que los electrodos alcancen a ser cubiertos por esta cantidad de solvente.

8.2.2 Ajustar la velocidad de rotación para lograr una buena mezcla evitando salpicaduras.

8.2.3 Titular la mezcla hasta el punto final electrometrico (3. 2) o el punto de color (3.3) con reactivo Fischer. Si se titula la mezcla por medio del color, se debe hacer por duplicado titulando el primer matraz hasta obtener el color rojo - naranja y posteriormente el segundo hasta igualar el color del primero.

8.2. 4 A la mezcla de titulación así preparada, agregar la cantidad de muestra de acuerdo a la tabla 1.

Tabla 1.- Tamaño recomendado para las muestras

Tabla 1.- Tamaño recomendado para las muestras

Cantidad de agua (%)	Tamaño de la muestra	Método para tomar las muestras
2.5 a 10	Cantidad necesaria - para contener 120 mg de agua	Jeringa o pipeta volumétrica calibrada previamente determi- nada su masa.
0.5 a 2.5	10 ml	
menor de 0.5	25 ml	

8.2.5 Procurar que el tiempo en que se transfiera la muestra al matraz de titulación sea el menor posible para evitar que esta absorba humedad del aire.

S.2.6 Titular la muestra con el reactivo de Karl - Fischer con el mismo dispositivo o hasta el mismo punto final de color determinado anteriormente.

8. 2.7 Registrar la cantidad de reactivo usado para titular el contenido de agua en la muestra.

9. EXPRESION DE RESULTADOS.

9.1 Cálculos.

Calcular el contenido de agua en la muestra como sigue:

$$\text{Agua en \% en masa} = \frac{V \times F}{10 \times w}$$

Donde:

V = Mililitros de reactivo de Karl - Fischer requeridos para la muestra.

F = Factor de equivalencia del reactivo de Karl - Fischer en miligramos de agua por mililitro de reactivo.

W = Gramos de muestra utilizados

9.2 Precisión.

9.2. 1 Los datos siguientes deben emplearse para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95 % de probabilidad).

9.2.1.1 Repetibilidad.

Los resultados por duplicados obtenidos por el mismo analista deben considerarse sospechosos si difieren por mas de 0.5 ml de reactivo de titulación.

9. 2.1.2 Reproducibilidad.

Los resultados suministrados por un laboratorio no deben considerarse sospechosos a menos que difieran de lo s de otros laboratorios por mas de las cantidades siguientes:

Contenido de agua en %	Reproductibilidad % de la media
0.1 a 1.0	15
mas de 1.0 a 10	5

10. INFORME DE LA PRUEBA.

El informe debe incluir los siguientes datos como mínimo: Datos completos de identificación de la muestra. Referencia del método o norma utilizada. Numero de lote. Resultado de la prueba expresado en porcentaje de agua.

Cualquier desviación al procedimiento descrito que pueda afectar los resultados obtenidos.

Fecha y lugar de la determinación.

Nombre del analista.

Cualquier anomalía observada durante la determinación.

11 APENDICE.

11.1 Se recomienda utilizar un equipo Aquatrator o el Fischer Titrimeter para indicar el punto final de la titulación.

12 BIBLIOGRAFIA.

Annual Book of ASTM Standards-Volume 15.05-1985.

ASTM-D-1123-82 Standard Test Methods for: Water in Engine Coolant Concentrate by the Karl Fischer Reagent Method.

13 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.

No se puede establecer concordancia por no existir referencia al momento de la elaboración de la presente.

México, D. F. a 7 de Octubre de 1987

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, consisting of several fluid, overlapping strokes that form a stylized representation of the name Consuelo Saez Pueyo.

LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO