



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-233-1970

**METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION
DE HIERRO EN ACIDO SULFURICO.**

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

**METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION
DE HIERRO EN ACIDO SULFURICO**

1.- ALCANCE.

1.1 La presente Norma establece el método para la determinación de hierro en ácido sulfúrico.

1.2 El método se aplica cuando el contenido de hierro varía de 0.000001 % a 0.02 %.

2.- APARATOS Y EQUIPO.

Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g.

Balanza granataria capaz de pesar 0.1 g.

Fotómetro con filtro para 525 milimicras y celdas de 25 mm de espesor.

Vaso de precipitados de 250 ml.

Bureta de 50 ml graduada en 0.1 ml.

Matraz aforado de 500 ml con tapón.

Matraz aforado de 1000 ml con tapón.

Pipeta de Mohr de 10 ml graduada en 0.1 ml.

Material usual de laboratorio.

3.- MATERIALES Y REACTIVOS.

3.1 Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser reactivos analíticos a menos que se indique otra cosa, cuando se hable de agua se debe entender agua destilada.

Acido sulfúrico concentrado de 95% (H_2SO_4).

Solución de acetato de amonio al 30% ($CH_3-COONH_4$).

Solución de clorhidrato de hidroxilamina al 10% ($NH_2.OH.HCl$).

Solución de 1.10 fenantrolina al 0.2°% ($C_{12}H_8N_2O$).

Acido clorhídrico concentrado (HCl).

Solución de ácido clorhídrico al 10% (HCl).

Solución de permanganato de potasio 0.1N ($KMnO_4$).

Granalla de zinc en partículas de 4 mm a 5 mm.

Solución patrón de hierro que contiene 0.00001 g de Fe/ml.

Se pesan 3.515 g de sulfato ferroso amonico hexahidratado $Fe(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ y se vacían en un matraz aforado de 500 ml que contenga 25 ml de una solución de ácido sulfúrico al 10% se agrega agua suficiente hasta lograr que se disuelva completamente y se agrega agua hasta la marea. La solución resultante contiene aproximadamente 1 mg de Fe/ml y se valora de la manera siguiente:

Se toma una alícuota de 50 ml y se vacía en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, se agregan 50 ml de agua, 5 ml de solución de ácido sulfúrico al 10% y de 2.5 g a 5 g de granalla de zinc. Se tapa el matraz con una válvula de Bunsen y se mantiene a 40°C durante 30 minutos. Transcurrido este tiempo se filtra a través de lana de vidrio, se lavan el matraz y cl

embudo con agua hervida y finalmente se valora con solución de KMnO_4 0.1N (1 ml de solución de KMnO_4 0.1N = 0.005584 g de Fe). Se prepara un testigo con las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar la solución de hierro. Si es necesario se efectúa la corrección.

De esta solución que contiene aproximadamente 1 mg de Fe/ml se toma una alícuota que contenga un equivalente a 10 mg (10 ml aproximadamente) y se transfiere a un matraz volumétrico de 1000 ml, se agrega agua hasta la marca y se agita. Esta solución contiene 0.00001 g de Fe/ml.

3.2 Preparación de la gráfica de calibración

3.2.1 Se toman la solución patrón de Fe alícuotas de 2, 4, 8, 12, 16, y 20 ml y se colocan, en matraces aforados de 100 ml.

3.2.2 A cada matraz se agregan 5 ml de solución de HCl al 10%, 5 ml de solución de acetato de amonio al 30% y 2 ml de solución de clorhidrato de hidróxil-amina al 10%. Se agita, se deja reposar 5 minutos y se agregan 5 ml de solución de 1.10 fenantrolina al 0.2%. Se agrega agua hasta la marca.

3.2.3 Se prepara un testigo con las mismas cantidades de reactivo pero sin agregar la solución de Fe.

3.2.4 Se fija el 100% de transmisión con el testigo y se determina el porcentaje de transmisión de cada una de las soluciones a 525 milimicras empleando celdas de 25 mm de espesor. Con los datos obtenidos se construye la gráfica.

4. PROCEDIMIENTO.

4.1 Principio.

El método consiste en la formación de un complejo colorido que resulta de la reacción de la 1.10 fenantrolina con el ion ferroso en un medio ligeramente ácido, la intensidad de la coloración se mide en un fotómetro a 525 milimicras.

4.2 Determinación.

4.2.1 La cantidad total de muestra se homogeniza y se pesan 50 ± 0.1 g de ácido sulfúrico en un vaso de precipitados de 250 ml, se calienta bajo campana y se evapora casi a sequedad, se deja enfriar y el residuo se disuelve con 5 ml de ácido clorhídrico al 10% y 25 ml de agua. La solución resultante se filtra sobre papel filtro, (ver observaciones), sobre un matraz aforado de 100 ml. Se lleva a la marca con agua.

4.2.2. Se toma una alícuota que no contenga mas de 0.0002 g de Fe se vacía a un matraz aforado de 100 ml; se agregan 5 ml de solución de acetato de amonio al 30% y 2 ml de

solución de clorhidrato de hidroxilamina al 10% se deja en reposo durante 5 minutos; se añaden 5 ml de solución de 1.10 fenantrolina al 0.2% y se agrega agua hasta la marca.

4.2.3 Se prepara un testigo con las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar la muestra.

4.2.4 Con el testigo se fija el 100% de transmisión del aparato a 525 milimicras y se determina el porcentaje de transmisión de la muestra empleando celdas de 25 mm de espesor.

5.- EXPRESION DE RESULTADOS.

5.1 El contenido de hierro en tanto porcentaje se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Fe \%} = \frac{G_f \times 100 \times 100}{G \times V}$$

Donde:

G_f = gramos de hierro correspondientes a la cantidad obtenida a partir de la grafica de calibración.

G = peso del ácido sulfúrico en gramos.

V = volumen de la alícuota

6.- REPRODUCCION DE LA PRUEBA

La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe ser mayor de 0.000001 % en caso contrario se recomienda repetir las determinaciones.

México, D. F., a 31 de Agosto de 1970.



EL C. OFICIAL MAYOR
LIC. FRANCISCO RODRIGUEZ GOMEZ