



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

**“METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE
HIERRO EN ACIDO CLORHIDRICO”**

“METHOD OF TEST FOR IRON HYDROCHLORIC ACID”

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

“METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE HIERRO EN ACIDO CLORHIDRICO”

“METHOD OF TEST FOR IRON HYDROCHLORIC ACID”

AVISO AL PUBLICO

Se hace del conocimiento de los particulares, que con fundamento en el Artículo 29 de la Ley General de Normas y de Pesas y Medidas, se les concede un plazo de tres meses contados a partir de la fecha de publicación del presente aviso, para que aporten a esta Dependencia Oficial, los datos necesarios y hagan las observaciones pertinentes para la fijación de la Norma que a continuación se expresa, apercibidos que de no hacerlo, esta Secretaría aprobará dicha Norma en los términos que considere procedentes.

1 ALCANCE

La presente Norma establece el método para la determinación de hierro en ácido clorhídrico en proporción de 0.0001 a 0.01%.

2 APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g

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

Matraces volumétricos de 1000 ml

Matraces volumétricos de 100 ml

Pipeta de Mohr de 10 ml de capacidad graduada en 0.1 ml.

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 entenderá agua destilada.

Acido clorhídrico concentrado d = 1.18

Solución de ácido clorhídrico N

Acido sulfúrico concentrado d = 1.84

Solución de clorhidrato de hidroxilamina al 10%

Solución de acetato de amonio al 20 %

Solución de 1.10 fenantrolina al 0.2%

Se disuelven 0.2 g del reactivo en 50 ml de agua que contenga 2 ml de solución de HCl N y se diluye a 100 ml con agua.

Solución patrón de hierro que contenga 0.000010 g Fe/ml.

Se disuelven 7.022 g de sulfato ferroso amónico hexahidratado en una mezcla de 600 ml de agua y 350 ml de ácido sulfúrico concentrado. Se diluye a 1000 ml con agua.

De la solución anterior se toma una alícuota de 10 ml y se diluye a 1000 ml con agua.

Esta solución contiene 0.00001 g de Fe/ml.

3.2 Preparación de la gráfica de calibración.

3.2.1 A una serie de 10 matraces volumétricos de 100 ml conteniendo 50 ml de agua y 2 ml de la solución de ácido clorhídrico normal, se transfieren alícuotas de la solución de hierro de 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10 ml y se trata cada una de ellas con 2 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina al 10%; se dejan reposar un minuto.

3.2.2 Se agregan a cada matraz 10 ml de solución de acetato de amonio y 3 ml de solución de 1.10 fenantrolina; se afora con agua.

3.2.3 Al mismo tiempo se prepara una solución testigo con todos los reactivos en las mismas condiciones pero sin agregar la solución de hierro.

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

4 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra se extrae como se indica en la Norma NMX-K-278-1968y se toman 50 ml de ácido para la determinación.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 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. La intensidad de la coloración se mide en un fotómetro a 525 milimicras y se compara con una serie de tipos que contienen cantidades conocidas de hierro (II).

5.2 Determinación

5.2.1 Se miden 50 ml del ácido por analizar, se colocan en un crisol de porcelana y se evaporan a sequedad en un baño de agua. El residuo se disuelve con 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y 5 ml de agua. Se evapora nuevamente a sequedad en un baño de agua y el residuo se redisuelve con 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y 25 ml de agua.

5.2.2 La solución se deja enfriar, se transfiere a un matraz volumétrico de 250 ml y se diluye hasta la marca con agua.

5.2.3 Si el análisis que se efectúa es para el ácido clorhídrico tipo I (Ver NMX-K-009-1968), se toman con una pipeta 50 ml de la solución (5.2.2). Si se trata del ácido tipo II entonces se toman 10 ml de la solución (5.2.2).

5.2.4 La alícuota tomada se coloca en un matraz volumétrico de 100 ml, se agregan 2 ml de la solución de clorhidrato de hidroxilamina y se deja reposar un minuto. Se adicionan 10 ml, de solución de acetato de amonio, se agita, y se agregan 3 ml, de solución de 1.10 fenantrolina. Se afora con agua y se mezcla perfectamente.

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

5.2.6 Con el testigo se fija el 100 % de transmisión del aparato y se determina el porcentaje de trasmisión de la solución a 525 milimicras.

6 CALCULOS Y RESULTADOS

El contenido de hierro en tanto por ciento se calcula con la siguiente expresión:

$$\text{FE \%} = \frac{\text{Gr}}{\text{V}_1} \frac{\text{X}}{\text{x}} \frac{\text{v}}{\text{d}} \frac{\text{X}}{\text{d}} \frac{100}{\text{d}}$$

donde:

Gr = Gramos de hierro encontrados a partir de la curva de calibración.

V = Relación entre el volumen total de solución y la alícuota tomada.

V₁ = Mililitros de ácido clorhídrico analizado.

d = Densidad del ácido a T.A.

7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

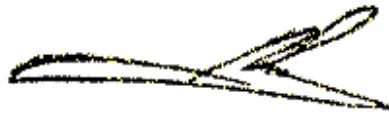
La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe ser mayor de 0.0001%, en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

8 APENDICE

8.1 Observaciones

El níquel, el cobalto y el cobre interfieren en la reacción ya que forman complejos coloridos con la 1.10 fenantrolina.

México, D.F., Mayo 16, 1968
EL C. OFICIAL MAYOR

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Francisco Rodríguez Gómez', written in a cursive style.

LIC. FRANCISCO RODRIGUEZ GOMEZ
Fecha de aprobación y publicación: Enero 14, 1969