



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-269-1979

HIDROXIDO DE SODIO-DETERMINACION DE HIERRO

SODIUM HYDROXIDE-DETERMINATION OF IRON

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma participaron los siguientes Organismos:

- SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA.
- SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO. LABORATORIO CENTRAL.
- SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO. DIRECCION GENERAL DE IMPUESTOS INTERIORES.
- SOSA TEXCOCO. S.A.
- FABRICAS DE PAPEL LORETO Y PEÑA POBRE, S.A.
- CELULOSA Y DERIVADOS, S.A.
- IQUISA
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
- PENNWALT, S.A. DE C.V.
- PENNWALT DEL PACIFICO, S.A. DE C.V.

HIDROXIDO DE SODIO-DETERMINACION DE HIERRO

SODIUM HYDROXIDE-DETERMINATION OF IRON

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método de prueba espectrofotométrico, para la determinación de hierro en hidróxido de sodio.

2 FUNDAMENTO

El hierro se determina por la formación de un complejo colorido con la 1,10 fenantrolina, en un medio ligeramente ácido. La intensidad de la coloración se mide en el espectrofotómetro a 525 nm.

3 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-K-456 "Hidróxido de sodio grado industrial-Muestreo y toma de muestra."

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada desionizada.

- Solución de ácido clorhídrico (1 + 11).
- Acido sulfúrico concentrado $d=1.84 \text{ g/cm}^3$.
- Acido clorhídrico concentrado $d=1.19 \text{ g/cm}^3$.
- Solución de anaranjado de metilo 1 g/1.
- Solución de clorhidrato de hidroxilamina 100 g/1.
- Agua de bromo saturada.
- Solución de acetato de amonio 200 g/1.

- Sulfato ferroso amónico a una pureza mínima comprobada de 99.5%.
- Solución de 1, 10 fenantrolina 2 g/l:
Disolver 0.2 g de 1,10 fenantrolina en 50 ml de agua que contiene 2 ml de ácido clorhídrico (1+11) y se diluye a 100 ml con agua.
- Solución patrón de hierro:
Disolver 7.022 g de sulfato ferroso - amónico hexahidratado $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en una mezcla de 600 ml de agua colocada en baño de hielo con 350 ml de ácido sulfúrico concentrado decantado cuidadosamente. Pasar a un matraz volumétrico de un litro y completar el volumen con agua. Tomar 10 ml de esta solución y diluirlos hasta un litro, esta solución contiene 0.010 mg de hierro por ml

4.2 Materiales

- Matraces volumétricos de 100 y 1000 ml.
- Pipetas volumétricas Tipo A respecto a su precisión.
- Vasos de precipitados.

5 APARATOS E INSTRUMENTOS

- Espectrofotómetro o aparato equivalente, para leer a 525 nm, provisto de celdas entre 10 y 40 mm de espesor. (Véase A.1).
- Balanza analítica con ± 0.1 mg de sensibilidad.

6 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

6.1 Preparar una serie de seis matraces volumétricos de 100 ml con: 50 ml de agua y 2 ml de solución de ácido clorhídrico (1+11) cada uno.

6.2 Colocar alícuotas de la solución patrón de 0.010 mg de Fe/ml de 0.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 y 10.0 ml, tratar cada matraz con 2 ml de solución de clorhidrato de hioxilamina y dejar reposar durante un minuto.

6.3 Agregar a cada matraz 10 ml de solución de acetato de amonio, agitar y agregar 3 ml de la solución de 1,10 fenantrolina y completar el volumen con agua.

6.4 Con celda entre 10 y 40 mm de espesor (véase A.1) y a 525 nm, fijar el cero de absorbancia con el blanco y determinar la absorbancia de cada una de las soluciones tipo preparadas.

6.5 Construir la curva de calibración con los resultados obtenidos, graficando absorbancia contra contenido de hierro.

7 PREPARACION DE LA MUESTRA

Extraer la muestra siguiendo las indicaciones de la norma NMX-K-456 (véase 2) y determinar en la balanza analítica la masa de 10 ± 0.1 g de hidróxido de sodio base 100%.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Pasar la muestra preparada a un vaso de precipitados de 400 ml, agregarle 100 ml de agua, dos gotas de solución de anaranjado de metilo, ácido clorhídrico concentrado hasta el vire del indicador, 2 ml del mismo ácido en exceso y calentar a ebullición durante 5 minutos.

8.2 Agregarle cinco gotas de agua de bromo para destruir el color del indicador y hervir la solución para eliminar el exceso de bromo. Dejarla enfriar, pasarla a un matraz volumétrico de 250 ml y completar el volumen con agua.

8.3 Con una pipeta volumétrica tomar una alícuota de 50 ml, pasarla a un matraz volumétrico de 100 ml, agregarle 2 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina y dejarla reposar durante un minuto. Adicionarle 10 ml de solución de acetato de amonio, agitar, agregarle 3 ml de solución de 1, 10 fenantrolina y completar el volumen con agua.

8.4 Preparar un blanco en las mismas condiciones pero sin agregarle fenantrolina.

8.5 Con celda entre 10 y 40 mm de espesor (véase A.1) y a 525 nm, fijar el cero de absorbancia con el blanco y determinar la absorbancia de la solución problema.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de hierro en la muestra de hidróxido de sodio, expresado como porcentaje en masa de Fe total, se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{ Fe} = \frac{G \times 100}{m} \times R$$

en donde:

G = gramos de hierro correspondientes al problema, obtenidos al interpolar en la curva de calibración.

m = masa de la muestra en gramos

R = relación del volumen total de dilución entre la alícuota tomada.

10 REPETIBILIDAD

La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas sucesivamente con el mismo método, sobre la misma muestra y bajo las mismas condiciones (mismo operador, mismos aparatos, mismos laboratorios y mismo tiempo), no debe ser mayor de 0.0001, en caso contrario repetir la determinación.

APENDICE

A.1 Para mayor sensibilidad se recomienda usar la celda de menor espesor.

México, D.F., Agosto 14, 1979

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in purple ink, consisting of a large, stylized 'S' shape with a vertical line through the middle, and a horizontal line extending to the right.

DR.ROMAN SERRA CASTAÑOS

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 28, 1979

Esta Norma cancela a la: NMX-K-269-1968