



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DEL FIERRO - MÉTODO FOTOMÉTRICO A LA
ORTOFENANTROLINA (CANCELA A LA NMX-W-112-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMICAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF IRON - ORTHOPHENANTROLINE
PHOTOMETRIC METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

- 1.1 Esta norma mexicana establece el método para la determinación de hierro en el aluminio y las aleaciones de aluminio.
- 1.2 Esta norma mexicana es aplicable a los productos que tienen un contenido de hierro comprendido entre 0,05 % y 2,50 %.
- 1.3 Esta norma mexicana no es aplicable totalmente a los casos especiales siguientes para los cuales debe ser modificado según se describe en el capítulo 9 apéndice normativo:
 - 1.3.1 Aluminio no aleado, aleaciones aluminio-silicio y cualquier otro producto difícilmente atacable con ácido clorhídrico (véase inciso 9.1); y
 - 1.3.2 Aleaciones conteniendo cobre (contenido de cobre mayor que 5 %), zinc (contenido de zinc mayor que 4 %), níquel (contenido de níquel mayor que 2 %), o aleaciones con una combinación proporcional de estos elementos mayor que un 5 % en total (véase inciso 9.2).

2 PRINCIPIO

- 2.1 Ataque con ácido clorhídrico. Reducción del hierro (III) a hierro (II) por el cloruro de hidroxil-amonio.
- 2.2 Formación en una solución tampón a un pH comprendido entre 3,5 y 4,5, del complejo hierro (II) ortofenantrolina de color rojo anaranjado.

Medición fotométrica a una longitud de onda de aproximadamente 510 nm (véase nota 1).

NOTA 1: El cobre que puede interferir si se encuentra presente en cantidades apreciables, se elimina en gran parte durante el ataque. De los elementos normalmente presentes en el aluminio y sus aleaciones, algunos no interfieren mientras otros forman complejos solubles incoloros con ortofenantrolina, los cuales no absorben a la longitud de onda a la cual se realiza la medición fotométrica.

3 REACTIVOS

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida y durante el análisis usar solo agua destilada o de una pureza equivalente.

- 3.1 Ácido clorhídrico; ρ 1,1 g/cm³, solución 6 N aproximadamente

Tomar 500 cm³ de ácido clorhídrico (ρ 1,19 g/cm³), 12 N aproximadamente, y completar el volumen a 1 000 cm³ con agua.

- 3.2 Ácido clorhídrico; ρ 1,16 g/cm³, solución 10 N, aproximadamente

Diluir 820 cm³ de ácido clorhídrico (ρ 1,19 g/cm³) con agua y después del enfriamiento hasta 293 K (20°C), completar el volumen a 1 000 cm³.

Controlar la densidad relativa y si es necesario, ajustar la normalidad de la solución.

- 3.3 Hidróxido de sodio, solución 5 N

Disolver 200 g de hidróxido de sodio (NaOH) en una cápsula de níquel con 400 cm³ de agua. Después del enfriamiento, transferir la solución a un matraz aforado de 1 000 cm³, lavando la cápsula y completar el volumen a 1 000 cm³ (conservar en recipientes de polietileno).

3.4 Mezcla de reactivos

Mezclar las siguientes soluciones en la razón 1:1:3 en volumen:

3.4.1 Cloruro de hidroxilamonio, solución a 10 g/dm³

Disolver 10 g de cloruro de hidroxilamonio (NH₂OH HCl) en un poco de agua y completar el volumen a 1 000 cm³.

3.4.2 Ortofenantrolina, solución en agua

Disolver en agua 2,5 g de ortofenantrolina monohidratada (C₁₂H₈N₂ H₂O), ó 3 g de clorhidrato de ortofenantrolina monohidratado. (C₁₂H₈N₂ HCl H₂O), calentar suavemente para completar la disolución, enfriar y completar el volumen a 1 000 cm³ con agua.

3.4.3 Solución tampón

Disolver 272 g de acetato de sodio (CH₃COONa 3H₂O) en 500 cm³ de agua, filtrar, agregar 240 cm³ de ácido acético glacial (CH₃COOH), (ρ 1,05 g/cm³), aproximadamente 17,4 N, luego completar el volumen a 1 000 cm³ con agua.

La mezcla de reactivos debe conservarse en un recipiente de vidrio de color oscuro ésta no debe usarse después de un almacenamiento de cuatro semanas.

3.5 Hierro, solución patrón a 0,2 g (1 cm³ contiene 0,2 mg de hierro)

3.5.1 Disolver 1,404 5 g de sulfato de hierro (II) amoniacal [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O] en un poco de agua y agregar 20 cm³ de ácido clorhídrico (véase inciso 3.1). Transferir la solución a un matraz aforado de 1 000 cm³ y completar el volumen con agua (véase nota 2).

NOTA 2: Cuando el grado de pureza del sulfato de hierro (II) amoniacal no se conoce, determinar el título exacto con la ayuda de dicromato de potasio y modificar correspondientemente la masa que se debe tomar para la solución patrón de hierro (véase inciso 3.5).

Alternativamente:

3.5.2 Se disuelve en caliente, en un vaso de 100 cm³ tapado con un vidrio de reloj, 0,286 0 g de óxido de hierro (III) puro (Fe₂O₃), previamente calcinado a 600°C, en 30 cm³ de ácido clorhídrico (véase inciso 3.1). Después del enfriamiento, transferir la solución a un matraz aforado de 1 000 cm³ y completar el volumen con agua.

3.6 Fierro, solución patrón a $0,01 \text{ g/dm}^3$ (1 cm^3 contiene $0,01 \text{ mg}$ de fierro)

Transferir $50,0 \text{ cm}^3$ de la solución patrón de fierro (véase inciso 3.5) a un matraz aforado de $1\ 000 \text{ cm}^3$, luego completar el volumen con agua. Preparar la solución en el momento de usar.

4 APARATOS

4.1 Material corriente de laboratorio

4.2 Espectrofotómetro, o

4.3 Fotocolorímetro

5 PREPARACIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

5.1 Muestra para laboratorio

5.2 Muestra para ensayo

De la muestra para laboratorio deben obtenerse por taladrado o fresado virutas de espesor menor o igual que 1 mm . Mediante un imán separar cualquier eventual contaminación de fierro.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Porción de ensayo

Masa de la porción de ensayo: $0,5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$.

6.2 Preparación de la curva de calibración

En una serie de ocho matraces aforados de 100 cm^3 de capacidad, introducir, respectivamente, los siguientes volúmenes de la solución patrón de fierro (véase inciso 3.6): O (solución de compensación) $-2,50 \text{ cm}^3$ $-5,0 \text{ cm}^3$ $-10,0 \text{ cm}^3$ $-15,0 \text{ cm}^3$ $-20,0 \text{ cm}^3$ $-30,0 \text{ cm}^3$ y $40,0 \text{ cm}^3$.

Diluir cada solución hasta 50 cm^3 , agregar 25 cm^3 de la mezcla de reactivos (véase inciso 3.4), completar el volumen a 100 cm^3 y agitar.

Después de 30 min, efectuar las mediciones fotométricas al máximo de la curva de absorción (longitud de onda aproximadamente 510 nm), después de haber ajustado el aparato a absorbancia cero contra la solución de compensación.

Trazar una gráfica llevando, por ejemplo, en el eje de las abscisas los valores de las cantidades de hierro contenidas en 100 cm³ y sobre el eje de las ordenadas los valores correspondientes de absorbancia.

6.3 Ensayo en blanco

Efectuar paralelamente a la determinación, un ensayo en blanco siguiendo el mismo procedimiento y usando las mismas cantidades de todos los reactivos.

6.4 Determinación

6.4.1 Ataque de la porción de ensayo y preparación de la solución principal.

En un vaso de capacidad apropiada (250 cm³ por ejemplo) tapado con un vidrio reloj, atacar la porción de ensayo con 15 cm³ de ácido clorhídrico (véase inciso 3.1). Hervir durante algunos minutos.

Diluir a 25 cm³. Hervir durante 5 min. Diluir a 50 cm³ aproximadamente. Filtrar y lavar, recoger el filtrado en un matraz aforado de 250 cm³ ó de 500 cm³ dependiendo del contenido de hierro supuesto (véase tabla 1), enfriar, completar al volumen y homogeneizar.

TABLA 1.- Contenido de hierro supuesto

Contenido supuesto de hierro	Dilución de la solución principal	Parte alícuota tomada
%	cm ³	cm ³
0,05 a 0,2	250,0	50,0
0,2 a 0,8	500,0	50,0
0,8 a 1,5	500,0	25,0
1,5 a 2,0	500,0	20,0
2,0 a 2,5	500,0	10,0

6.4.2 Desarrollo del color

Tomar la alícuota de la solución principal indicada en la tabla 1 (teniendo en cuenta las características del aparato disponible para las mediciones fotométricas), transferirla a un matraz aforado de 25 cm³ de la mezcla de reactivos (véase inciso 3.4), completar el volumen a 100 cm³ y homogeneizar.

6.4.3 Mediciones fotométricas

Después de 30 min, efectuar las mediciones fotométricas, según las modalidades expuestas para el trazado de la curva de calibración después de haber ajustado el aparato a absorbancia cero mediante agua destilada o la solución del ensayo en blanco (véase nota 3).

7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Mediante la curva de calibración, determinar las masas de hierro, en miligramos, correspondientes a los valores de las mediciones fotométricas de la solución de la porción de ensayo y de la solución del ensayo en blanco.

Calcular el contenido de hierro, como un porcentaje en masa, por la siguiente fórmula:

$$\text{Fe \% (m/m)} = \frac{(m_1 - m_2) \times R}{10 m_0}$$

donde:

- m_0 es la masa, en gramos, de la porción de ensayo;
- m_1 es la masa de hierro, en miligramos, encontrada en la parte alícuota de la porción de ensayo;
- m_2 es la masa de hierro, en miligramos, en una parte alícuota del mismo volumen de la solución del ensayo en blanco, y
- R es la razón entre el volumen de la solución principal de la porción de ensayo y el volumen de la alícuota tomada.

NOTA 3: Si los reactivos utilizados para el análisis son muy puros, la parte alícuota tomada de la solución de ensayo en blanco, después de agregar la mezcla de reactivos (véase inciso 3.4) y luego de que se ha completado el volumen a 100 cm³ es muy poco coloreada. En este caso, se recomienda el uso de esta solución para ajustar el aparato a absorbancia cero.

Luego se calcula el contenido de hierro como un porcentaje en masa, por la siguiente fórmula:

$$\text{Fe \% (m/m)} = \frac{m_1 \times R}{10 m_0}$$

donde:

- m_0 es la masa, en gramos, de la porción de ensayo;
 m_1 es la masa de fierro, en miligramos, encontrada en la parte alícuota de la porción de ensayo, y
R es la razón entre el volumen de la solución principal de la porción de ensayo y el volumen de la alícuota tomada.

8 INFORME DEL ENSAYO

El informe del ensayo debe incluir las indicaciones siguientes:

- 8.1 Referencia al método usado
- 8.2 Los resultados y el método de expresión usado
- 8.3 Cualquier característica no usual notada durante la determinación
- 8.4 Cualquier operación no incluida en esta norma o de carácter opcional

9 APÉNDICE NORMATIVO

Caso especial de aluminios no aleados, aleaciones aluminio-silicio y cualquier otra aleación de aluminio difícilmente atacada con ácido clorhídrico.

- 9.1 Modificaciones al método general

Reemplazar inciso 6.4.1 por lo siguiente:

- 9.1.1 Se coloca la muestra en un recipiente de platino (vaso o cápsula) de unos 100 cm³ de capacidad, se agregan cuidadosamente 20 cm³ de disolución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.3) cubriendo el recipiente con un vidrio de reloj.
- 9.1.2 Se calienta suavemente y cuando la porción de ensayo está totalmente disuelta, se lava el vidrio de reloj y las paredes del recipiente de platino con un poco de agua, luego se hierve la solución moderadamente durante 2 min a 3 min.

- 9.1.3 En el caso de aleaciones con alto contenido de silicio (contenidos de silicio mayores que 4 %), se mantiene el recipiente durante 20 min aproximadamente a una temperatura ligeramente más baja que la de ebullición, el tiempo necesario para facilitar la completa oxidación del silicio, teniendo cuidado de agregar el agua requerida para compensar las pérdidas por evaporación.
- 9.1.4 Luego se hierve durante 2 min a 3 min. Se lava el vidrio de reloj y el recipiente con agua, se diluye la solución a 20 cm³, se agregan 20 cm³ de ácido clorhídrico (véase inciso 3.2), se agita y se hierve suavemente durante 10 min. Se deje enfriar, filtrando el residuo eventual a través de un filtro de textura media, luego se lava el residuo y el filtro con agua, se recoge el filtrado y las aguas de lavado en un matraz aforado de 250 cm³ ó de 500 cm³ según el contenido de fierro (véase tabla 1). Después se enfría a la temperatura ambiente, se completa el volumen y se homogeneiza.
- 9.2 Caso especial de aleaciones conteniendo cobre (contenido mayor que 5 %), zinc (contenido mayor que 4 %), o níquel (contenido mayor que 2 %), o aleaciones con una combinación proporcional de estos elementos mayor que un 5 % en total.

9.2.1 Principio

El cobre, el zinc y el níquel interfieren cuando están presentes en cantidades apreciables en la solución. Estas interferencias, dentro de los límites de pH adoptados, son eliminadas agregando un exceso de la solución de ortofenantrolina (véase inciso 3.4.2), que induce la formación de complejos solubles incoloros que no absorben a la longitud de onda a la que se efectúa la determinación de fierro (una gran parte del cobre se elimina durante el ataque).

9.2.2 Modificaciones al método general

Reemplazar inciso 6.4.2 por lo siguiente:

- 9.2.2.1 Tomar la alícuota de la solución principal indicada en la tabla 1 (tomando en cuenta las características del instrumento disponible para las mediciones fotométricas), transferirla a un matraz aforado de 100 cm³, si es necesario se diluye a 50 cm³, se agregan 25 cm³ de la mezcla de reactivos (véase inciso 3.4) y 10 cm³ de la ortofenantrolina (véase inciso 3.4.2), se completa el volumen a 100 cm³ y se homogeneiza.
- 9.2.2.2 Se agrega un exceso de 10 cm³ de la solución de ortofenantrolina (véase inciso 3.4.2) para el trazado de la curva de calibración.

10 BIBLOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- NMX-W-112-1982 Aluminio y sus aleaciones – Análisis químico - Determinación del fierro – Método fotométrico a la ortofenamtrolina. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 7 de octubre de 1982.
- NMX-Z-013-1977 Guía para la estructuración, presentación y redacción de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
- ISO 793:1973 Aluminium and Aluminium alloys - Determination of Iron - Orthophenanthroline Photometric method.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es idéntica a la norma internacional ISO 793:1973.

México D. F., a

MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.

AVA/DLR/MRG

NMX-W-112-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DEL FIERRO - MÉTODO FOTOMÉTRICO A LA
ORTOFENANTROLINA (CANCELA A LA NMX-W-112-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMICAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF IRON - ORTHOPHENANTROLINE
PHOTOMETRIC METHOD**

PREFACIO

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

- ALCOMEX, S.A.
- ALMEXA ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO Y DERIVADOS DE VERACRUZ, S.A. DE C.V.
- ALUMEX, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO EXTRUIDO EXTRAL, S.A. DE C.V.
- ALUQUÍMICOS, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, A.C. (ANCE)
- ANODIZADO INDUSTRIAL Y ARTÍSTICO, S.A. DE C.V.
- CINVESTAV DE QUERÉTARO
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
- CUPRUM, S.A. DE C.V.
- INDALUM, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO MEXICANO DEL ALUMINIO, A.C.
- INDUSTRIA MEXICANA DEL ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL SANTA CLARA, S.A. DE C.V.