
NORMA CUBANA

NC

901: 2012

**ÁCIDO SULFÚRICO TÉCNICO — DETERMINACIÓN
FOTOMÉTRICA DEL CONTENIDO DE HIERRO POR EL
MÉTODO DEL 2,2'-BIPYRIDIL**

Technical sulphuric acid — Photometric determination of iron content

ICS: 71.060.30; 71.060.40

1. Edición Octubre 2012
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 901: 2012

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Sustituye a la NC 23-05:1968 de idéntico título, cuyo contenido se presenta en la plantilla vigente para las Normas Cubanas sin modificaciones, habiéndose actualizado sólo las referencias normativas por parte de la Dirección de Normalización de la Oficina Nacional de Normalización.

© NC, 2012

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

ÁCIDO SULFÚRICO TÉCNICO — DETERMINACIÓN FOTOMÉTRICA DEL CONTENIDO DE HIERRO POR EL MÉTODO DEL 2,2 BIPIRIDIL

1 Objeto

Esta norma establece el método de ensayo para la determinación fotométrica del contenido de hierro en ácido sulfúrico técnico, empleando el 2,2-bipiridil.

Este método es aplicable para la determinación de contenidos de hierro superiores a 0,0001 % m/m, expresados como Fe.

En esta norma se incluye un método para arbitraje y otro breve para el control rutinario de la calidad de este producto.

2 Fundamento del método

Reducción preliminar del hierro trivalente, por medio del cloruro de hidroxilamonio o del ácido ascórbico.

Formación de un complejo de hierro bivalente-2,2-bipiridil.

Medición fotométrica del complejo coloreado, a una longitud de onda de aproximadamente 520 nm.

3 Reactivos

Se emplearán productos químicos analíticos de calidad p.a., según la NC 727 Productos químicos – Clasificación por calidades y definiciones y agua para análisis según la NC-ISO 3696 Agua para uso en análisis de laboratorio – Especificación y método de ensayo.

3.1 Ácido clorhídrico, solución N (véase la NC 728: 2009 Soluciones reactivo de concentración aproximada para uso general).

3.2 Cloruro de hidroxilamonio (clorhidrato de hidroxilamina).

3.3 Acetato de amonio, solución al 30 % m/v (véase la NC 728).

3.4 2,2-bipiridil, solución clorhídrica al 1 % m/v.

Se disuelve 1 g de 2,2-bipiridil, determinado con una aproximación de 0,1 mg, en 10 mL de ácido clorhídrico (3.1) y se diluye hasta 100 mL.

3.5 *Solución patrón de hierro*, 2 g/L de Fe

Se disuelven 7,022 g de sulfato de hierro II y de amonio hexahidratado (SO_4Fe ; $\text{SO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), determinado con una precisión de 1 mg, en 50 mL de solución de ácido sulfúrico al 10 % m/v (véase NC 728), se transfieren cuantitativamente a un frasco volumétrico de 500 mL y se diluye hasta la marca.

1 mL de esta solución contiene 2 mg de Fe.

3.6 Solución patrón de hierro, 0,2 g/L de Fe.

Se transfieren 50,0 mL de la solución (3.5) a un frasco volumétrico de 500 mL, se añaden 5 mL de solución de ácido sulfúrico al 10 % m/v y se diluye hasta la marca.

1 mL de esta solución contiene 0,2 mg de Fe.

3.7 Solución patrón de hierro, 0,01 g/L de Fe.

Se transfieren 50,0 mL de la solución (3.6) a un frasco volumétrico de 1 000 mL y se diluye hasta la marca.

1 mL de esta solución contiene 0,010 mg de Fe.

La solución debe ser preparada al momento de usarse.

3.8 Ácido sulfúrico, $d = 1,84$.**3.9 Ácido ascórbico****3.10 Solución patrón de hierro, 0,1 g/L de Fe.**

Se disuelven 0,8634 g de sulfato de hierro III y amonio dodecahidratado $[(\text{SO}_4)_2\text{Fe NH}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$, determinado con una precisión de 1 mg, en 10 mL de solución de ácido sulfúrico al 20 % v/v (véase NC 728), se transfieren cuantitativamente a un frasco volumétrico de 1 000 mL y se diluye hasta la marca.

1 mL de esta solución contiene 0,1 mg de Fe.

3.11 Solución patrón de hierro, 0,01 g/L de Fe.

Se transfieren 50,0 mL de la solución (3.10) a un frasco volumétrico de 500 mL, se añaden 50 mL de solución de ácido sulfúrico al 20 % v/v y se diluye hasta la marca.

1 mL de esta solución contiene 0,010 mg de Fe.

4 Aparatos y utensilios

Utensilios comunes de laboratorio y

4.1 Pipeta de pesada, de 60 mL de capacidad aproximadamente, con tapa de vidrio esmerilado.

4.2 Pipeta de seguridad, de 10 mL.

4.3 Espectrofotómetro ajustado a 520 nm o *fotocolorímetro* con filtro verde que tenga una transmisión máxima para 520 nm, aproximadamente.

5 Procedimiento

5.1 Método de arbitraje

5.1.1 Muestra de ensayo

Se vierte en la pipeta de pesada (4.1) la cantidad de muestra necesaria para determinar la masa por diferencia a una muestra de ensayo de aproximadamente 50 g, con apreciación de 10 mg. Se transfiere la muestra a un vaso de precipitados de capacidad adecuada (por ejemplo, de 250 mL).

5.1.2 Determinación

5.1.2.1 Preparación de la solución de muestra de ensayo: Se coloca el vaso de precipitados que contiene la muestra de ensayo (5.1.1) sobre un baño de arena y se evapora a sequedad cuidadosamente. Se enfría, se recoge con 2 mL de la solución de ácido clorhídrico (3.1) y 25 mL de agua, calentando para facilitar la disolución. Se transfiere cuantitativamente a un frasco volumétrico de 100 mL, se diluye hasta la marca, se mezcla si es necesario y se filtra.

5.1.2.2 Desarrollo del color: Se transfiere una parte alícuota de la solución de muestra (5.1.2.1) conteniendo de 50 µg a 500 µg de hierro, a un frasco volumétrico de 100 mL. Si es necesario, se diluye a 50 mL aproximadamente, se añaden sucesivamente 2 mL de la solución de ácido clorhídrico (3.1), 2 mL de la solución de cloruro de hidroxilamonio (3.2) y, después de 5 minutos, 5 mL de la solución de acetato de amonio (3.3) y 1 mL de la solución de 2,2'-bipiridil (3.4). Se diluye hasta la marca, se mezcla y se espera 10 minutos.

5.1.2.3 Medición fotométrica: Se efectúa la medición fotométrica a una longitud de onda de aproximadamente 520 nm, ajustando previamente el instrumento a densidad óptica cero, usando como referencia la solución del ensayo en blanco (5.1.3).\

5.1.3 Ensayo en blanco

Al mismo tiempo que el análisis de la muestra, se realiza un ensayo en blanco usando igual procedimiento y las mismas cantidades de todos los reactivos empleados en la determinación, pero omitiendo la muestra de ensayo.

5.1.4 Preparación de la curva de calibración

5.1.4.1 Preparación de las soluciones patrones de comparación: para la medición fotométrica con celdas de 1 cm. En once frascos volumétricos de 100 mL, se colocan las correspondientes cantidades de solución patrón de hierro (3.7) indicadas en la Tabla siguiente:

Solución patrón de hierro (3.7)	Correspondiente a Fe
mL	µg
0 *	0
5,0	50
10,0	100
15,0	150
20,0	200
25,0	250
30,0	300
35,0	350
40,0	400
45,0	450
50,0	500

* Solución de compensación

Se añade a cada frasco volumétrico la cantidad de agua suficiente para diluir a 50 mL aproximadamente; a continuación se añaden 2 mL de la solución de ácido clorhídrico (3.1), 2 mL de solución de cloruro de hidroxilamonio (3.2) y después de 5 minutos, 5 mL de la solución de acetato de amonio (3.3) y 1 mL de la solución de 2,2"-bipiridil (3.4). Se diluye hasta la marca, se mezcla bien y se espera 10 minutos.

5.1.4.2 Medición fotométrica: Se efectúa la medición fotométrica de acuerdo con lo señalado en 5.1.2.3, ajustando el instrumento a densidad óptica cero usando como referencia la solución de compensación.

5.1.4.3 Preparación del gráfico de calibración: Se prepara el gráfico de calibración tomando, por ejemplo, el contenido de hierro en microgramos por 100 mL de cada solución patrón, como abscisas, y los correspondientes valores de la densidad óptica, como ordenadas.

5.2 Método para el control rutinario

5.2.1 Determinación

5.2.1.1 Muestra de ensayo y preparación de la misma: Se miden con una pipeta de seguridad (4.2) 10 mL de la muestra, se transfieren a un frasco volumétrico de 250 mL; se diluye hasta la marca, se mezcla y se enfría a temperatura ambiente. La dilución de la muestra de ensayo se realiza con el frasco sumergido en un baño de agua fría, con la cual se logra la temperatura ambiente.

5.2.1.2 Desarrollo del color: Se transfiere una parte alícuota de la solución de muestra (5.2.1.1) conteniendo de 30 µg a 180 µg de hierro, a un frasco volumétrico de 100 mL. Si es necesario, se diluye a 50 mL aproximadamente, se añaden 0,1 g de ácido ascórbico (3.9) y, después de 5 minutos, 25 mL de la solución de acetato de amonio (3.3) y 0,5 mL de la solución de 2,2"-bipiridil (3.4). Se diluye hasta la marca, se mezcla y se espera 30 minutos.

5.2.1.3 Medición fotométrica: Se efectúa la medición fotométrica de acuerdo a lo señalado en 5.1.2.3, usando la solución del ensayo en blanco (5.2.2).

5.2.2 Ensayo en blanco

Se realiza un ensayo en blanco de acuerdo a lo señalado en 5.1.3.

5.2.3 Preparación de la curva de calibración

5.2.3.1 Preparación de las soluciones patrones de comparación: para la medición fotométrica con celdas de 1 cm. En siete frascos volumétricos de 100 mL, se colocan las correspondientes cantidades de la solución patrón de hierro (3.11) indicadas en la siguiente Tabla:

Solución patrón de hierro (3.11)	Correspondiente a Fe
mL	µg
0 *	0
3,0	30
6,0	60
9,0	90
12,0	120
15,0	150
18,0	180

* Solución de compensación

Se añade a cada frasco volumétrico la cantidad de agua suficiente para diluir a 50 mL aproximadamente; a continuación se añaden 0,1 g de ácido ascórbico (3.9) y, después de 5 minutos, 25 mL de la solución de acetato de amonio (3.3) y 0,5 mL de la solución de 2.2"-bipiridil (3.4). Se diluye hasta la marca, se mezcla y se espera 30 minutos.

5.2.3.2 Medición fotométrica: Se efectúa la medición fotométrica de acuerdo con lo señalado en 5.1.4.2.

5.2.3.3 Preparación del gráfico de calibración: Se prepara el gráfico de calibración de acuerdo a lo señalado en 5.1.4.3.

6 Expresión de los resultados

Por el gráfico de calibración (véanse 5.1.4.3 y 5.2.3.3), se determina el contenido de hierro correspondiente a la medición fotométrica en la parte alícuota de la solución de muestra de ensayo.

El contenido de hierro, según se trate del método para arbitraje (5.1) o del método para el control rutinario (5.2), se calcula, respectivamente, por las fórmulas siguientes:

$$C = \frac{A \times 100 \times 100}{V \times M}$$

$$C = \frac{A \times 250 \times 100}{V \times d \times v}$$

donde

C es el contenido de hierro expresado como % m/m de Fe,
 A es el contenido de hierro en la parte alícuota de la solución de muestra de ensayo, en g,
 V es el volumen de la parte alícuota de la solución de muestra de ensayo tomada para el desarrollo del color, en mL,

M es la masa de la muestra de ensayo, en g,
v es el volumen de la muestra de ensayo, en mL,
d es la densidad del ácido sulfúrico que se ensaya, a la temperatura a que se mide v, en g/mL

COMPLEMENTO

Normas nacionales relacionadas:

NC 727: 2009 Productos químicos – Clasificación por calidades y definiciones.

NC-ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio – Especificación y método de ensayo.

NC 728: 2009 Soluciones reactivo de concentración aproximada para uso general.

Recomendaciones y proyectos ISO concordantes parcialmente:

ISO/DR 1185: 1967 Ácido sulfúrico y óleum para uso industrial – Determinación del contenido de hierro – Método espectrofotométrico de 2,2"-bipiridil.

Norma extranjera concordante parcialmente:

Checoslovaquia: CSN 65 1025: 1962 Ensayos de ácido sulfúrico técnico.