



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAS

NORMA MEXICANA

NMX-W-068-1971

DETERMINACION DE CROMO EN ALEACIONES DE ALUMINIO

*CHROMIUM DETERMINATION-IN ALUMINIUM ALLOYS - TEST
METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

DETERMINACION DE CROMO EN ALEACIONES DE ALUMINIO

CHROMIUM DETERMINATION-IN ALUMINIUM ALLOYS - TEST METHOD

1 ALCANCE

La presente norma establece el método para la determinación de cromo en aleaciones de aluminio.

2 APARATOS Y EQUIPO

Matraz Erlenmeyer de 1000 ml.
 Bureta de 25 ml graduada en 0.1 ml.
 Matraces Volumétricos de 2000 y 100 ml.
 Vidrio de reloj de 9 cm de diámetro.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

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.

Mezcla ácida Núm.2.

Se mezclan en un matraz de 1000 ml, 400 ml de ácido nítrico y 600 ml de solución de ácido sulfúrico 2:1.

- Solución de ácido clorhídrico 6N.
- Solución de nitrato de plata al 0.03%.
- Solución de permanganato de potasio 1N.

Se pesan 32 ± 1.0 g de permanganato de potasio, se colocan en un matraz volumétrico de 1000 ml y se disuelven y aforan con agua. La solución resultante se calienta a ebullición durante 20 minutos, se pasa a través de un crisol de vidrio poroso y se guarda en un frasco color ámbar.

Titulación.- Se pesan 0.150 g de fierro, se colocan en un matraz de fondo redondo de 300 ml, y se disuelven con 90 ml de agua y 8 ml de ácido sulfúrico concentrado. Se cierra el matraz con una válvula de Bunsen. Se calienta la solución suavemente sin que llegue a la ebullición y una vez disuelto todo el fierro, se deja enfriar sin quitar la válvula. Se agregan 5 ml de solución de ácido fosfórico al 85% y se titula con la solución de permanganato de potasio, hasta una coloración rosa permanente.

Cálculos.- 1 ml KMnO_4 IN = 0.0554 g de Fe/ml.

Solución de sulfato ferroso amónico hexahidratado, equivalente a 1.24 mg de cromo por mililitro.

Se pesan 2.80 g de sulfato ferroso amónico hexahidratado y se colocan en un matraz volumétrico de 100 ml, se añaden 5 ml de solución de ácido sulfúrico 1:3 y se afora.

Se toman 10 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1 y se colocan en un matraz Erlenmeyer de 150 ml; se diluyen hasta 100 ml y se añade 1 ml de solución de sulfato ferroso amónico hexahidratado.

Se titula la solución con solución de permanganato de potasio, hasta la aparición de una coloración rosa tenue.

Se calcula la equivalencia en mililitros de solución ferrosa, de la solución de permanganato de potasio con la siguiente fórmula:

$$E = \frac{V_1}{V}$$

Donde:

V_1 = Mililitros de solución de permanganato de potasio.

V = Mililitros de solución de sulfato ferroso amónico hexahidratado.

4 PROCEDIMIENTO

4.1 Principio

El método consiste en la oxidación de cromo a cromato y en la reducción del mismo con una sal ferrosa agregada en exceso, Finalmente se titula este exceso con una solución valorada de permanganato de potasio.

4.2 Determinación

4.2.1 Se pesa 1.000 g de la muestra por analizar y se coloca en un matraz Erlenmeyer de 1000 ml, se añaden 30 ml de mezcla ácida Núm. 2 y 20 ml de solución de nitrato de plata al 0.03%, se cubre el matraz con un vidrio de reloj y se calienta hasta disolución total. Se destapa el matraz para dejar salir los vapores nitrosos.

4.2.2 Se diluye la solución a 300 ml con agua, se agregan 2 g de solución de persulfato de amonio al 3% y se calienta a ebullición durante 15 minutos, agitando constantemente.

4.2.3 Se adicionan 2 ml de solución de ácido clorhídrico 6 N, se calienta a ebullición durante 10 minutos y se lavan las paredes del matraz con pequeñas porciones de agua; se enfría rápidamente la solución a una temperatura de 20 – 25°C.

4.2.4 Se añade una cantidad de solución de sulfato ferroso amónico hasta que el color amarillo de cromato desaparezca y se agregan 3 ml de exceso.
(Ver 6.1.1). Se titula la solución con solución de permanganato de potasio hasta la aparición de una coloración rosa pálido, la cual debe persistir durante varios minutos.

5 CALCULOS Y RESULTADOS

La cantidad de cromo en tanto por ciento se calcula con la siguiente expresión:

$$\text{Cr \%} = \frac{(V_1 E_1 - V_2) E_2 \times 31.04}{G}$$

Donde:

V_1 = Mililitros de solución de sulfato ferrosos amónico empleados.

V_2 = Mililitros de solución de permanganato de potasio empleados.

E_1 = Mililitros de hierro equivalentes a 1 ml de solución de 1 N de solución de $\text{KMnO}_4 = 0.0554$ g de Fe.

G = Gramos de muestra.

6 APENDICE

6.1 Observaciones

6.1.1 Si la muestra no contiene manganeso, se agrega la solución libre de cloruro que contenga 1 mg de manganeso y se agregan unas gotas de solución de permanganato de potasio; si no presenta coloración la solución, se agrega más solución de ferrosulfato de amonio hexahidratado.

México, D.F., Agosto 9, 1971

EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Jose M. Alcala A.', with a long horizontal stroke extending to the right.

ING. JOSE M. ALCALA A.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 18, 1971