



**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DE COBRE
EN ALEACIONES DE ALUMINIO - MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-W-069-1971)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - COPPER DETERMINATION IN
ALUMINIUM ALLOYS - TEST METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de prueba para la determinación del cobre en aleaciones de aluminio.

2 APARATOS Y EQUIPO

- Vaso de precipitados de 250 ml;
- Matraz Erlenmeyer de 250 ml;
- Matraz volumétrico de 1 000 ml;
- Frascos oscuros de 1 000 ml;
- Embudo para filtración;
- Papel filtro (porosidad media);
- Cápsula de porcelana de 150 ml, y
- Material común de laboratorio.

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 número 1.

Se colocan en un matraz de 1 000 ml, 350 ml de agua y se mezclan con 250 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1, 200 ml de ácido nítrico y 200 ml de ácido clorhídrico.

Solución de yoduro de potasio al 3 %.

Solución de cobre que contenga 2 mg/ml.

Se pesan 8,000 g de sulfato de cobre pentahidratado y se colocan en un matraz volumétrico de 1 000 ml, se disuelven con 50 ml de agua y se aforan con una solución de ácido acético al 0,05 %. Se toman dos alícuotas de 50 ml y se les determina por electrólisis la cantidad de Cu/ml.

- Soluciones de tiosulfato de sodio equivalentes a 1 mg y 4 mg de Cu/ml, respectivamente.

Se pesan 4,000 g y 16,000 g, de tiosulfato de sodio pentahidratado y se disuelven con una solución de 50 ml de agua y 1 g de bicarbonato de sodio, respectivamente. Se diluye cada solución a un litro y se envasan en frascos oscuros.

Se toman 200 ml de solución de sulfato de cobre 1 N y se colocan en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, se añaden 3 ml de ácido acético concentrado y 5 ml de solución de yoduro de potasio al 3 % y se agrietan constantemente durante 5 min. Se titula la solución con solución de tiosulfato de sodio, añadiendo 3 gotas de solución de almidón cerca del final de la titulación.

Se calculan los equivalentes de la solución de tiosulfato de sodio en gramos de Cu/ml (0,063 57 g de Cu = 1 ml de solución de tiosulfato de sodio 1 N).

- Solución de ácido sulfúrico 1:3;
- Solución de ácido nítrico 1:1;
- Solución saturada de ácido sulfhídrico;
- Ácido acético concentrado, y
- Solución de almidón recién preparada.

Se pesan 2,00 g de almidón soluble y se mezclan con agua suficiente para formar una pasta homogénea. Se diluye con 30 ml de agua y se vierte poco a poco en un litro de agua hirviendo, se deja en ebullición durante 5 min y se enfría; posteriormente se decanta.

- Pulpa para filtrar.

4 PROCEDIMIENTO

4.1 Principio

El método consiste en la reducción del cobre cúprico a cobre cuproso con un exceso de iodo el cual se titula con una solución valorada de tiosulfato de sodio, empleando como indicador almidón.

4.2 Determinación

4.2.1 Se pesa 1,000 g de la muestra por analizar, y se coloca en un vaso de precipitados de 250 ml, se disuelve con 35 ml de la mezcla ácida número 1, y se calienta a ebullición hasta la aparición de humos blancos (véase inciso 6.1.1). Se agregan 10 ml de solución de ácido sulfúrico 1:3 y 60 ml de agua y se calienta a ebullición hasta que las sales se disuelvan. Se filtra a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 6.1.2), y se lava con pequeñas porciones de agua caliente (véase inciso 6.1.3).

4.2.2 El papel y su contenido se colocan en un crisol de porcelana y se calcinan en una mufla a $600^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$. El residuo se trata con 5 gotas de solución de ácido sulfúrico 1:3, 5 ml de solución de ácido fluorhídrico al 30 %, y 3 ml de solución de ácido nítrico 1:1 y se evapora a sequedad (véase inciso 6.1.4).

4.2.3 El residuo se disuelve con 10 ml de solución de ácido sulfúrico 1:3 y se vacía al filtrado original (véase inciso 4.2.1). Se agregan 50 ml de solución saturada de ácido sulfúrico y se calienta a ebullición; se agrega pulpa para filtrar (véase inciso 6.1.5) y se filtra el sulfuro de cobre a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 6.1.1). Se lava con pequeñas porciones de agua caliente (véase inciso 6.1.6).

4.2.4 El filtro y su contenido se colocan en un crisol de platino y se calcinan a $600^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$. Se deja enfriar y se disuelve con 5 ml de solución de ácido nítrico 1:1. La solución se transfiere al vaso donde se disolvió la muestra, y se añaden 0,5 ml de solución de ácido sulfúrico 1:3. Se calienta hasta la aparición de humos blancos densos.

- 4.2.5 Se deja enfriar; se agregan 25 ml de agua y 3 ml de ácido acético concentrado y se calienta con cuidado, hasta que la solución esté clara. Se deja enfriar, se añaden 5 ml de solución de yoduro de potasio al 3 % y se mezclan perfectamente (véase inciso 6.1.7). Se deja reposar unos minutos y se titula con una solución de tiosulfato de sodio hasta que el color del yodo casi haya desaparecido, Se añaden 3 gotas de solución de almidón recién preparada y se continúa la titulación hasta que el color cambie de azul a blanco amarillento.

5 CÁLCULOS Y RESULTADOS

La cantidad de cobre en tanto por ciento se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Cu \%} = \frac{V \times C_1}{G} \times 100$$

donde:

- V son los mililitros de solución de tiosulfato empleados;
 G₁ son los gramos de cobre equivalentes a 1 ml de solución de tiosulfato de sodio,
 y
 G son los gramos de muestra.

6 APÉNDICE NORMATIVO

- 6.1 Observaciones
- 6.1.1 Para un contenido de cobre mayor de 10 % se utilizan 0,500 0 de muestra y 20 ml de la mezcla ácida Núm. 1.
- 6.1.2 Se recomienda usar papel filtro Núm. 40.
- 6.1.3 El precipitado del sulfuro de cobre puede ser utilizado para la determinación de fierro.
- 6.1.4 Para un bajo contenido de sílice, la separación de ésta y su volatilización pueden ser omitidas.

- 6.1.5 Se emplea pulpa para la fabricación de papel medio.
- 6.1.6 Si se encuentra bismuto en la muestra, se lava con la solución lavadora de ácido sulfhídrico.
- 6.1.7 La coloración amarilla formada por el bismuto en presencia de yodo, puede ser confundida con la que se forma con el yodo por la adición del almidón.

7 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-069-1971 Método de prueba para la determinación de cobre en aleaciones de aluminio. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 21 de agosto de 1971.
- 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.

8 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.**

AVA/AFO/DLR/MRG

NMX-W-069-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DE COBRE
EN ALEACIONES DE ALUMINIO - MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-W-069-1971)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - COPPER DETERMINATION IN
ALUMINIUM ALLOYS – TEST 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.