



**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE MANGANESO - MÉTODO VOLUMÉTRICO
(CANCELA A LA NMX-W-073-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF MANGANESE - VOLUMETRIC METHOD**

1 OBJETIVO

Esta norma mexicana establece el método volumétrico para la determinación del contenido de manganeso en el aluminio y sus aleaciones.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es aplicable a determinaciones del contenido de manganeso comprendidas entre 0,1 % y 1,5 % y se aplica a aleaciones que contengan hasta un 0,5 % de cromo.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos a utilizar deben ser de calidad analítica reconocida, a menos que se indique otra cosa; y el agua debe ser destilada o de pureza equivalente.

- Ácido sulfúrico concentrado;
- Solución de ácido sulfúrico 1:3;
- Ácido nítrico concentrado;
- Ácido fosfórico al 85 %;

- Nitrato de plata;
- Persulfato de amonio al 33 %;
- Nitrato de sodio;
- Trióxido de arsénico;
- Bicarbonato de sodio;
- Solución de hidróxido de sodio 6,5 N, y
- Solución de permanganato de potasio 0,1 N.

3.1 Preparación

Se pesan 3,2 g ± 0,1 g de permanganato de potasio, se colocan en un matraz volumétrico de 1 000 cm³, se disuelven y se completa en volumen con agua.

La solución resultante se calienta a ebullición durante 20 min, se filtra a través de un crisol de vidrio y se guarda en un frasco color ámbar.

3.1.1 Valoración

Se pesan 0,150 g de hierro de alta pureza, se colocan en un matraz de fondo redondo de 300 cm³, y se disuelven con 90 cm³ de agua y 8 cm³ de ácido sulfúrico concentrado. Se tapa el matraz con una válvula de Bunsen, se calienta la solución suavemente sin que llegue a la ebullición, y una vez disuelto todo el hierro, se deja enfriar, sin quitarle la válvula al matraz.

Se agrega 5 cm³ de solución de ácido fosfórico al 85 % y se titula con la solución de permanganato de potasio, hasta una coloración rosa permanente.

3.1.2 La normalidad de la solución de permanganato de potasio se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$N = \frac{1\,000 \times m}{55,84 \times V}$$

donde:

- N es la normalidad de la solución de permanganato de potasio;
- M es la masa de la muestra de hierro empleada, en gramos, y
- V es el volumen de la solución de permanganato de potasio, empleado en la valoración, en cm³.

3.2 Solución de nitrato de plata - ácido fosfórico

Se pesan 17 g de nitrato de plata, se colocan en un matraz de 1 000 cm³, se agregan 75 cm³ de ácido fosfórico y se completa el volumen con agua.

3.3 Mezcla de ácidos

A un matraz de 1 000 cm³ conteniendo 200 cm³ de agua se le agregan cuidadosamente 400 cm³ de ácido sulfúrico concentrado. Se enfría y se completa el volumen con ácido nítrico concentrado.

3.4 Solución valorada de arsenito-nitrito 0,09 N

3.4.1 Preparación

Se pesan 4,498 g de trióxido de arsénico y se colocan en un vaso de precipitados de 250 cm³, se agregan 30 cm³ de solución de hidróxido de sodio 6,5 N y 30 cm³ de agua, y se calienta ligeramente hasta disolución completa.

Se añaden 22 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:3 y se neutraliza la solución con bicarbonato de sodio.

Se pesan 3,18 g de nitrato de sodio, se colocan en un vaso de precipitados de 250 cm³ y se disuelven con 15 cm³ de agua fría. La solución así obtenida se mezcla con la solución de arsenito preparada al inicio.

Se filtra la solución, recibiendo el filtrado en un matraz volumétrico de 2 000 cm³; se lava el residuo con pequeñas porciones de agua y se completa el volumen.

3.4.2 Valoración

Se colocan 10 cm³ de solución de permanganato de potasio de normalidad conocida en un matraz Erlenmeyer de 250 cm³, se diluye con 25 cm³ de agua y se añaden 5 cm³ de ácido sulfúrico 1:3.

Se titula con la solución de arsenito-nitrito, hasta decoloración total.

La normalidad de la solución de arsenito-nitrito, se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$N = \frac{N_1 \times V_1 N}{V}$$

donde:

N_1 es la normalidad de la solución de permanganato de potasio;
 V_1 es el volumen de solución de permanganato de potasio empleado, en cm^3 , y
 V es el volumen de solución de arsenito-nitrito empleado en la titulación en cm^3 .

4 APARATOS

Instrumental común de laboratorio.

5 PREPARACIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

5.1 Deben ser virutas de espesores menores o iguales a 1 mm, obtenidas por taladros o por molienda.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Determinación

Se pesan 0,200 g de la muestra por analizar, se colocan en un matraz Erlenmeyer de 250 cm^3 y se disuelven con 20 cm^3 de la mezcla de ácidos.

Se calientan ligeramente hasta disolución completa, retirando el matraz del fuego cuando aparezcan vapores nitrosos.

6.1.1 Eliminando los vapores nitrosos se añaden 50 cm^3 de solución de nitrato de plata - ácido fosfórico y 10 cm^3 de solución de persulfato de amonio al 33 %, se calienta hasta ebullición y se deja hervir suavemente durante 1 min, después de la formación inicial de ácido permangánico.

6.1.2 Se enfría el matraz con agua corriente hasta que la temperatura de la solución sea de $293\text{ K} \pm 3\text{ K}$ ($20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$), luego se agregan 3 cm^3 de solución de dicromato de potasio al 0,5 % (m/v) para mejorar el punto final y 10 cm^3 de solución de cloruro de amonio al 0,15 % (m/v), para precipitar la plata. Finalmente se titula con la solución valorada de arsenito-nitrito, hasta decoloración total.

NOTA: La titulación debe llevarse a cabo rápidamente, dado que el persulfato de amonio puede volver a oxidar parte del manganeso, originando así resultados erróneos.

7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

El contenido de manganeso en porcentaje en masa, se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{Mn \%} = \frac{V \times N \times 1,1}{m}$$

donde:

V es el volumen de solución valorada de arsenito-nitrito empleado en la titulación, en cm^3 ;

N es la normalidad de la solución valorada de arsenito-nitrito, y

M es la masa de la muestra, en gramos.

8 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba debe incluir la siguiente información:

- Referencia al método usado;
- Los resultados y el método de expresión usados;
- Cualquier anomalía notada durante la determinación, y
- Cualquier operación no incluida en esta norma o de carácter opcional.

9 APÉNDICE NORMATIVO

9.1 Observaciones

- 9.1.1 Si en la solución aparecen partículas insolubles de color oscuro, se agregan unas gotas de ácido fluorhídrico antes que se haya eliminado todo el HNO₃.

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-073-1982 Aluminio y sus aleaciones – Análisis químico - Determinación de manganeso - Método volumétrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 3 de agosto 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.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.**

NMX-W-073-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE MANGANESO - MÉTODO VOLUMÉTRICO
(CANCELA A LA NMX-W-073-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS
DETERMINATION OF MANGANESE - VOLUMETRIC 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.