



**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL
TITANIO - MÉTODO FOTOMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-
076-1980)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF TITANIUM
- FOTOMETRIC METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece la determinación de titanio en aleaciones de aluminio por el método fotométrico.

2 REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser reactivos analíticos a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada.

2.1 Mezcla ácida

Se colocan en un matraz de 1 000 ml, 350 ml de agua y se agregan 250 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1, 200 ml de ácido nítrico concentrado y 200 ml de ácido clorhídrico concentrado. La mezcla se agita perfectamente.

2.2 Solución de permanganato de potasio al 0,02 %

2.3 Solución saturada de ácido sulfhídrico

2.4 Solución de 1 de cupferrón al 6 %

Se pesan 6 g de $C_6H_5N(NO)ONH_4$, se colocan en un vaso de precipitados de 150 ml y se disuelven con 100 ml de agua.

2.5 Solución de ácido sulfúrico, 1:1

2.6 Solución de agua oxigenada al 30 %

2.7 Solución II de cupferrón. Se toman 50 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1 y se diluyen a 500 ml, se añaden 5 ml de solución I de cupferrón y se mezclan perfectamente.

2.8 Solución lavadora de carbonato de sodio. Se pesan 5 g de carbonato de sodio y se colocan en un matraz volumétrico de 1 000 ml, se disuelven y se afora con agua.

2.9 Solución de sulfato de titanio que contenga 0,6 mg de titanio por mililitro.

2.9.1 Se pesan 4,428 g de la sal doble de oxalato de potasio y titanio dihidratado ($K_2TiO(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$) y se colocan en un matraz de Kjeldahl de 500 ml, se le añaden 4 g de sulfato de amonio, 50 ml de ácido sulfúrico concentrado y se calienta a ebullición durante 10 min hasta descomposición del oxalato.

2.9.2 Se deja enfriar la solución, se transfiere a un matraz volumétrico de 1 000 ml, se le agregan cuidadosamente 500 ml de agua y una cantidad suficiente de solución de permanganato de potasio hasta obtener una coloración rosa permanente. Se afora.

2.10 Valoración

2.10.1 Se toma una alícuota de 50 ml y se coloca en un matraz Erlenmeyer de 350 ml, se le agregan 20 ml de ácido clorhídrico concentrado y se diluye a 200 ml con agua fría. La solución se pone en baño de hielo hasta que alcance una temperatura de $10^\circ C \pm 5^\circ C$. Se agita continuamente.

- 2.10.2 Una vez alcanzada la temperatura indicada, se le añade lentamente y con agitación continúa una mezcla de hielo y solución II de cupferrón, hasta precipitación completa. Se deja reposar en baño de hielo durante 15 min.
- 2.10.3 Se filtra la solución a través de papel filtro, al vacío y se lava varias veces con la solución II de cupferrón. Se transfieren el papel y filtro y su contenido a un crisol de platino y se calcinan a una temperatura de $1\ 100^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$, hasta masa constante. Se deja enfriar en un desecador y se pesa.
- 2.10.4 Cálculos.

Los gramos de titanio por mililitro se calculan con la siguiente fórmula:

$$Ti = \frac{G_1 \times 0,599\ 5}{V}$$

donde:

G_1 son los gramos de residuo obtenidos, y
 V es el volumen de la alícuota.

3 INSTRUMENTAL

- 3.1 Colorímetro fotoeléctrico ajustado a una longitud de onda de 420 mm.
- 3.2 Material común de laboratorio.

4 PROCEDIMIENTO

- 4.1 Principio

Este método se basa en la disolución de la muestra con la mezcla ácida (véase inciso 2.1) y en la separación del vanadio por adición de cupferrón. El titanio se determina en medio ácido por la diferencia de lecturas en el colorímetro, antes y después de agregarle a la muestra una solución de agua oxigenada.

- 4.2 Determinación
- 4.2.1 Se pesan 3 g de la muestra por analizar y se colocan, en un vaso de precipitados de 250 ml, se le agregan 35 ml de la mezcla ácida N°1, se disuelve y se calienta hasta la aparición de humos blancos. Se deja enfriar y se le agregan 10 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1 y 60 ml de agua caliente. Se calienta la solución hasta disolución de las sales solubles y se filtra a través de papel filtro (véase inciso 6.1.1).
- 4.2.2 Se agregan 50 ml de solución saturada de ácido sulfhídrico, se calienta a ebullición para la coagulación del precipitado y se filtra la solución a través de papel filtro (véase inciso 6.1.1).
- 4.2.3 Si el vanadio no se encuentra presente, el filtrado se calienta a ebullición durante 30 min para eliminar el ácido sulfhídrico, y se agrega una cantidad suficiente de solución de permanganato de potasio al 0,02 % hasta que la solución adquiera una coloración rosa pálido (véase inciso 6.1.3).
- 4.2.4 Se prepara una solución testigo, tomando con una pipeta un volumen de la solución de sulfato de titanio equivalente a los gramos de este metal en la muestra. Se añaden 10 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1 y ocho gotas de solución de agua oxigenada al 30 %, se diluye a 100 ml y se agita.
- 4.2.5 Se transfieren 25 ml de la solución de muestra y de la solución testigo a dos tubos del colorímetro. El aparato se ajusta con una solución de ácido sulfúrico al 0,1 %, a una longitud de onda de 420 mm y a un voltaje marcado en el galvanómetro de 100.
- 4.2.6 Se efectúa la lectura de la muestra (G). Enseguida se agrega dos gotas de solución de agua oxigenada al 30 %, se mezcla y se toma la lectura nuevamente (véase inciso 6.2.2).
- 4.2.7 Se construye una curva de calibración del porcentaje de transmitancia contra concentración.

donde:

$$L = 2 - \text{Log. G.}$$

- 4.2.8 La diferencia de los valores de (L) de las lecturas tomadas, es el valor neto de "L" de la muestra.

5 CÁLCULO Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

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

$$\text{Ti \%} = \frac{G_1}{L_1} \times \frac{L}{G} \times 100$$

donde:

- G₁ son los gramos de titanio en la solución testigo;
- G son los gramos de muestra usados;
- L₁ L observada en la solución testigo, y
- L L neta de la muestra.

6 APÉNDICE NORMATIVO

6.1 Observaciones

6.1.1 Se recomienda usar papel Núm. 42.

6.1.2 Debe tomarse también la lectura de la solución testigo.

6.1.3 Si se encuentra vanadio en la solución, el filtrado se calienta a ebullición durante 10 min hasta la eliminación del H₂S.

6.1.3.1 Si la cantidad de fierro que contiene la muestra no es suficiente para arrastrar al titanio después de la fusión con Na₂CO₃, se le añade una cantidad suficiente de solución ferrosa.

6.1.3.2 Se agrega agua de bromo en exceso y se comprueba con una solución de rojo de metilo si no se encuentra presente el bromo libre. Se añaden 20 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1, se diluye a 250 ml y se enfría la solución en un baño de hielo, hasta 10°C. Se adiciona un exceso de la solución de cupferrón.

- 6.1.3.3 Se filtra la solución al vacío y se lava con pequeñas porciones de solución lavadora de cupferrón. Se coloca el papel filtro y su contenido en un crisol de platino y se meten dentro de una mufla a una temperatura de $600^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$. Se deja enfriar el residuo y se tritura para verificar la completa oxidación del carbón, antes de agregarle Na_2CO_3 . Se mezcla detenidamente el residuo con 5 g de Na_2CO_3 , y se funde.
- 6.1.3.4 Se rota el crisol embarrando las paredes del mismo con el fundido, y se vuelve a fundir el residuo insoluble. Se deja enfriar y se llena con agua caliente, se calienta hasta disolución del fundido, y se precipita el titanio haciendo una digestión, del material insoluble a una temperatura de 250°C . Se filtra la solución a través de papel filtro (véase inciso 6.1.1.) y se lava con una solución caliente en Na_2CO_3 .
- 6.1.3.5 Se coloca el papel y su contenido en un vaso de precipitado de 250 ml, se humedecen las cenizas, y se lava con 15 ml de agua fría. Se lava el crisol donde se calcinó el precipitado con 10 ml de solución de ácido clorhídrico 1:1 y se vacía la mezcla obtenida, en un vaso que contiene las cenizas; se calienta la solución hasta la aparición de humos blancos y se enfría. Se añaden 30 ml de agua y se calienta a ebullición hasta disolución del titanio. Se agregan 25 ml de solución lavadora de ácido sulfhídrico, se calienta y se le adicionan 15 ml de solución saturada de ácido sulfhídrico para que se precipite el platino.
- 6.1.3.6 Se filtra la solución a través de papel filtro (véase inciso 6.1.1) y se lava con agua caliente. Se calienta el filtrado para eliminar el ácido sulfhídrico, se le añaden 5 gotas de ácido nítrico concentrado para oxidar el hierro, se enfría la solución y se sigue el procedimiento a partir del inciso 4.2.4.

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-076-1980 Aluminio y sus aleaciones - Determinación del titanio - Método fotométrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de febrero de 1981.

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 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-076-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL
TITANIO - MÉTODO FOTOMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-
076-1980)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF TITANIUM
- FOTOMETRIC 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.