



**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE VANADIO - MÉTODO COLORIMÉTRICO
(CANCELA A LA NMX-W-077-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF VANADIUM - COLORIMETRIC METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

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

2 PRINCIPIO

Este método consiste en la precipitación del vanadio con una solución de cupferrón; el precipitado se funde, se disuelve y finalmente se oxida con KMnO_4 y H_2O_2 formando un compuesto de color característico. La intensidad de la coloración se mide en un colorímetro y se compara con la coloración de una solución patrón.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de calidad analítica reconocida, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua se debe de entender agua destilada y desionizada.

3.1 Mezcla de ácidos

Se colocan en un matraz de 1 000 cm^3 , 350 cm^3 de agua, se agrega 250 cm^3 de solución de ácido sulfúrico 1:1, 200 cm^3 de ácido nítrico concentrado y 200 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado, y se mezclan perfectamente.

3.2 Solución saturada de ácido sulfhídrico

- 3.3 Solución de ácido sulfúrico 1:3
- 3.4 Solución de ácido sulfúrico 1:1
- 3.5 Solución I de cupferrón al 5 %
- 3.6 Solución II de cupferrón al 0,05 %

Se toman 50 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:1 y se diluyen hasta 500 cm³, se le añaden 5 cm³ de solución I de cupferrón y se mezcla perfectamente.

- 3.7 Solución de permanganato de potasio al 0,02 %
- 3.8 Solución de vanadio equivalente a un miligramo de vanadio por cm³
- 3.8.1 Preparación

- a) Se pesan 2,296 g de meta vanadato de amonio y se colocan en un matraz Erlenmeyer de 250 cm³, se agregan 50 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:1 y se agita hasta la completa disolución.
- b) Se añaden 200 cm³ de agua y una cantidad suficiente de solución de permanganato de potasio al 0,02 % hasta que la solución adquiera una coloración ligeramente rosada.
- c) Se completa la solución a un dm³ y se mezcla. Se toman dos alícuotas de 50 cm³ cada una. Se añaden 10 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:1 y mientras se agita continuamente se agrega un pequeño exceso de solución de sulfato ferroso amónico (28 g en 25 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:1), para reducir el vanadio. Se adicionan 5 cm³ de solución de persulfato de amonio al 3 % recién preparada.

3.8.2 Valoración de la solución

- a) La solución se titula con una solución de permanganato de potasio 1 N hasta la aparición de una coloración ligeramente rosada que persista por lo menos un minuto.
- b) Los miligramos de vanadio por cm³ se calculan con la siguiente fórmula:

$$G = \frac{N \times V \times 0,5094}{V_1}$$

donde:

- V es el volumen de la solución de permanganato de potasio empleados en la titulación en cm^3 ;
- V_1 es el volumen de la alícuota empleada, en cm^3 , y
- N es la normalidad de la solución de permanganato de potasio.

4 APARATOS

- Colorímetro fotoeléctrico ajustado a una longitud de onda de 420 nm, e
- Instrumental común de laboratorio.

5 PREPARACIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 5.1 La muestra de ensayo debe estar constituida por virutas de espesor no mayor de 1 mm, obtenidas por taladrado, laminado o serrado.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Determinación
- 6.1.1 Se pesan 1,000 g de la muestra por analizar, se colocan en un vaso de precipitados de 400 cm^3 , y se disuelven con 35 cm^3 de la mezcla de ácidos.
- 6.1.2 Se calienta la solución hasta la aparición de humos blancos, se agregan 10 cm^3 de solución de ácidos sulfúrico 1:3 y 60 cm^3 de agua caliente. Se calienta la solución hasta que no tenga turbiedad, se añaden 50 cm^3 de solución saturada de ácido sulfhídrico, y se filtra el residuo a través de papel filtro de porosidad media. Se lava con pequeñas porciones de agua caliente.
- 6.1.3 Se calienta el filtrado hasta la eliminación del ácido sulfhídrico y se agrega una cantidad suficiente de solución de permanganato de potasio al 0,02 % hasta que la solución adquiera una coloración ligeramente rosada.

- 6.1.4 Se adicionan 40 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:1 y se diluye a 250 cm³. Se coloca el vaso de precipitados en un baño de hielo hasta que la temperatura de la solución sea de 283 K (10°C). Se agita durante unos minutos y se añade una cantidad suficiente de solución I de cupferrón y se calienta hasta que el precipitado se coagula.
- 6.1.5 Se filtra a través de un crisol Gooch, y se lava varias veces con pequeñas porciones de solución II de cupferrón.
- 6.1.6 El crisol de Gooch y su contenido se introducen en un horno o mufla a una temperatura de 873 K ± 50 K (600°C ± 50°C), durante 20 min. El residuo se pasa a un crisol de platino y se funde con 10 g de carbonato de sodio. La masa fundida se disuelve con agua caliente, se filtra a través del papel filtro (véase nota) y se lava con pequeñas porciones de agua caliente.

NOTA: Se recomienda usar papel filtro, número 40.

- 6.1.7 Se añaden al filtrado 10 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:1 y se calienta a ebullición. Se agrega solución de permanganato de potasio al 0,02 % hasta que la solución adquiriera una coloración ligeramente rosada; se deja enfriar, se diluye a 50 cm³ y se mezcla.
- 6.1.8 Se prepara una solución patrón tomando de la solución de vanadio un volumen que contenga aproximadamente la cantidad de vanadio, presente en la muestra. Se añaden 10 cm³ de solución de ácido sulfúrico 1:1 y se diluye a 50 cm³.
- 6.1.9 Se fija el 100 % de transmisión del colorímetro con la solución de blanco que se prepara diluyendo 10 cm³ de ácido sulfúrico 1:1 con agua a 50 cm³ y se efectúan las lecturas (G) correspondientes a las soluciones de blanco, de muestra y patrón.
- 6.1.10 Se agregan 4 gotas de solución de peróxido de hidrógeno al 30 % a los tubos que contienen las soluciones de muestra y patrón, se agitan y se vuelven a tomar las lecturas del colorímetro.

Para detectar la presencia de hierro, se agrega a la solución una gota de solución de ferrocianuro de potasio.

7 CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

- 7.1 Los valores de las lecturas del colorímetro (G) deben cambiarse en su forma de expresión aplicándoles la siguiente fórmula:

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

- 7.2 La diferencia entre los valores de "L" correspondientes a las lecturas tomadas para cada solución, es considerado como el valor neto de L para dicha solución.

- 7.3 El contenido de vanadio en porcentaje en masa se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Va} = \frac{m_1 \times L}{L_1 \times m} \times 100$$

donde:

- m_1 son los gramos de vanadio en la solución patrón;
 m son los gramos de muestra usados;
 L_1 L neta de la solución patrón, y
 L L neta de la solución de muestra.

8 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba debe contener la siguiente información:

- Identificación de la muestra de prueba;
- Referencia al método usado;
- El resultado y el método de expresión usado;
- Cualquier cambio notado durante la determinación, y
- Cualquier operación no especificada en ésta norma, o considerada como opcional, que pueda afectar los resultados.

9 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-077-1982 Aluminio y sus aleaciones – Análisis químico - Determinación de vanadio – Método colorimétrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 19 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.

10 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-077-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE VANADIO - MÉTODO COLORIMÉTRICO
(CANCELA A LA NMX-W-077-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF VANADIUM - COLORIMETRIC 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.