



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL  
CROMO - MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO A LA  
DIFENILCARBAZIDA DESPUÉS DE LA EXTRACCIÓN  
(CANCELA A LA NMX-W-089-1981)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF  
CHROMIUM - SPECTROPHOTOMETRIC METHOD USING  
DIPHENYLCARBAZIDE, AFTER EXTRACTION**

**1 OBJETIVO**

Esta norma mexicana establece el método espectrofotométrico usando difenilcarbazida, después de la extracción, para la determinación de cromo en aluminio y aleaciones de aluminio.

**2 CAMPO DE APLICACIÓN**

- 2.1 Esta norma mexicana es aplicable a contenidos de cromo comprendidos entre 0,002 % y 0,60 % (m/m) (Cr).
- 2.2 Este método puede ser extendido hasta un contenido de cromo de 1,5 % (m/m).

**3 PRINCIPIO**

Disolución de la porción de ensayo por una solución ácida clorhídrica - nítrica sulfúrica y evaporación a humos blancos de SO<sub>3</sub>.

Extracción con agua, filtración eventual de la sílice insolubilizada y recuperación del cromo del residuo, después de la eliminación de la sílice.

Oxidación del Cr (III) a Cr (VI) por el hexanitroceroato de amonio y extracción del Cr con metilisobutilcetona. Paso del Cr en solución acuosa y formación del complejo coloreado entre el Cr (VI) y la difenilcarbazida.

Medición espectrofotométrica del complejo coloreado a una longitud de onda de aproximadamente 545 nm.

#### 4 REACTIVOS

Durante el análisis usar solo reactivos de calidad analítica reconocida y solo agua destilada o agua de una pureza equivalente.

4.1 Ácido nítrico;  $\rho$  1,40 g/ml aproximadamente, solución 15 N aproximadamente.

4.2 Ácido sulfúrico;  $\rho$  1,83 g/ml aproximadamente, solución 36 N aproximadamente.

4.3 Ácido sulfúrico;  $\rho$  1,23 g/ml aproximadamente, solución 8 N aproximadamente.

4.4 Ácido fluorhídrico;  $\rho$  1,13 g/ml aproximadamente, solución al 40 % (m/m) ó 23 N aproximadamente.

4.5 Ácido clorhídrico;  $\rho$  1,1 g/ml aproximadamente, solución al 20 % (m/m) ó 6 N aproximadamente.

**NOTA:** Durante el análisis, usar esta solución a una temperatura de 278 K a 283 K (5°C a 10°C). Conservar la solución en un refrigerador y durante el análisis en un baño de hielo.

4.6 Ácido clorhídrico;  $\rho$  1,01 g/ml aproximadamente, solución al 1,81 % (m/m) ó 0,5 N aproximadamente. Diluir 84 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.5) a 1 000 ml.

**NOTA:** Utilizar este reactivo frío, como el reactivo precedente (véase inciso 4.5).

#### 4.7 Solución ácida

Mezclar en un recipiente de capacidad apropiada, 200 ml de ácido clorhídrico,  $\rho$  1,19 g/ml aproximadamente, solución 12 N aproximadamente, 200 ml de la solución de ácido nítrico (véase inciso 4.1) y 400 ml de agua. Agregar cuidadosamente agitando y enfriando, 120 ml de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.2). Aforar a 1 000 ml, después del enfriamiento.

Conservar la solución en un recipiente de vidrio oscuro.

4.8 Hexanitrocerato de amonio, solución 0,04 N en Ce y 2 N en  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Disolver 2,19 de hexanitrocerato de amonio  $((\text{NH}_4)_2(\text{Ce}(\text{NO}_3)_6))$  en un poco de agua y agregar 25 ml de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.3). Transferir cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 100 ml, aforar y mezclar.

#### 4.9 Metilisobutilcetona, purificada

En un embudo de decantación de capacidad apropiada (por ejemplo 1 000 ml), colocar 250 ml de metilisobutilcetona  $[\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2]$  previamente enfriada de 278 K a 283 K (5°C a 10°C), agregar 250 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.6) enfriada a la misma temperatura. Agitar vigorosamente durante 1 min; luego dejar que las dos fases se separen. Drenar la fase ácida y descartarla. Recoger la metilisobutilcetona en un recipiente apropiado.

**NOTA:** El reactivo debe usarse frío.

#### 4.10 Difencilcarbazida, solución en acetona a 10 g/l

Disolver 0,25 g de difencilcarbazida, teniendo un punto de fusión mayor que 443 K (170°C), en un poco de acetona, transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 25 ml, enfriar de 278 K a 283 K (5°C a 10°C) y completar al volumen con la misma acetona.

Preparar esta solución inmediatamente antes de usar.

#### 4.11 Cloruro de níquel, solución clorhídrica a 200 g/l

Disolver 20 g, de cloruro de níquel hexahidratado en un poco de agua, agregar 60 ml de ácido clorhídrico,  $\rho$  1,19 g/ml aproximadamente, solución 12 N aproximadamente y aforar a 100 ml con agua.

#### 4.12 Aluminio, solución de base a 20 g/l

Pesar 20 g con exactitud de 0,001 g de aluminio extra-puro (pureza no menor que 99,99 % exento de cromo) y transferir a un vaso de capacidad apropiada (por ejemplo 1 000 ml). Agregar 1 ml de la solución de cloruro de níquel (véase inciso 4.11) y en pequeñas porciones, 200 ml de ácido clorhídrico,  $\rho$  1,19 g/ml aproximadamente, solución 12 N aproximadamente, diluyendo con agua si es necesario. Cuando ha terminado la reacción, agregar 200 ml de la solución de ácido nítrico (véase inciso 4.1), enfriar, luego agregar 120 ml de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.2). Calentar cuidadosamente la solución hasta el desprendimiento de humos blancos de  $\text{SO}_3$  y continuar el calentamiento, durante 10 min. Dejar enfriar, extraer con agua y calentar hasta obtener una solución transparente.

Transferir cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 1 000 ml y después del enfriamiento, aforar y mezclar.

**NOTA:** Si es necesario, filtrar la solución a través de un filtro de textura media, antes de transferirla en el matraz aforado. En este caso, recoger cuantitativamente las aguas de lavado en el matraz aforado.

#### 4.13 Cromo, solución patrón correspondiente a 0,020 g de cromo por litro

Pesar 0,565 7 g con exactitud de 0,000 1 g de dicromato de potasio de alta pureza ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) previamente secado a 413 K (140°C) y enfriado en un desecador. Introducirlo en un vaso de capacidad apropiada (por ejemplo, 400 ml) y disolverlos en aproximadamente 100 ml de agua. Agregar 10 ml de ácido clorhídrico,  $\rho$  1,19 g/ml aproximadamente y 25 ml de etanol, al 95 % (V/V). Calentar a ebullición y concentrar la solución de 10 ml a 20 ml. Luego agregar 10 ml de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.2), y 5 ml de la solución de ácido nítrico (véase inciso 4.1). Calentar la solución hasta desprendimiento de humos blancos de  $\text{SO}_3$  y continuar calentando durante 10 min. Enfriar, extraer con agua y calentar hasta obtener una solución transparente. Transferir cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 1 000 ml. Después del enfriamiento, aforar y mezclar.

Transferir 50 ml de la solución así obtenida a un matraz aforado de 500 ml, aforar y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 0,020 mg de Cr.

#### 4.14 Cromo, solución patrón correspondiente a 0,002 g de Cr por litro.

Transferir 50,0 ml de la solución patrón de cromo (véase inciso 4.13) a un matraz aforado de 500 ml, aforar y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 2 mg de Cr.

Preparar esta solución en el momento de usar.

## 5 APARATOS

- Material corriente de laboratorio, y
- Espectrofotómetro.

### NOTAS:

- 1 Es indispensable emplear embudos de decantación provistos de llaves de PTFE.
- 2 Si los aparatos de vidrio han sido lavados con mezcla sulfocrómica, cuidar de lavar abundantemente antes de usar, con el fin de asegurarse que se ha removido toda traza de cromo.

## 6 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

### 6.1 Muestra de ensayo

Obtener virutas de espesor menor o igual que 1 mm por fresado o taladrado.

## 7 PROCEDIMIENTO

### 7.1 Porción de ensayo

Pesar con exactitud 0,001 g, 1 g de la muestra para ensayo.

### 7.2 Ensayo en blanco

Efectuar paralelamente a la determinación un ensayo en blanco utilizando una parte alícuota de 10,0 ml de la solución de aluminio (véase inciso 4.12). Colocar esta parte alícuota en un tubo graduado de 30 ml. Diluir a aproximadamente 20 ml con agua, agregar 2,0 ml de la solución de hexanitroceroato de amonio (véase inciso 4.8) y luego proceder de acuerdo al método descrito en el segundo párrafo de los incisos 7.3.2, 7.3.3 a 7.3.6, utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos empleados para el análisis.

### 7.3 Determinación

#### 7.3.1 Preparación de la solución de ensayo

Colocar la porción de ensayo (véase inciso 7.1) en un vaso de capacidad apropiado (por ejemplo 250 ml) y cubrirlo con un vidrio de reloj. Agregar al vaso en pequeñas porciones, 50 ml de la solución ácida (véase inciso 4.7).

**NOTA:** Si la determinación se efectúa en aleaciones preparadas a partir de aluminio extra puro, agregar algunas gotas de la solución de cloruro de níquel (véase inciso 4.11) antes de agregar la solución ácida.

Una vez terminado el ataque, lavar las paredes del vaso y el vidrio de reloj con un poco de agua, recogiendo las aguas de lavado en el vaso. Calentar el vaso hasta desprendimiento de humos blancos de  $\text{SO}_3$  y continuar el calentamiento durante 10 min aproximadamente.

Dejar enfriar, extraer con 40 ml a 60 ml de agua y calentar la solución hasta completar la disolución de las sales. Si se ha separado sílice, filtrar a través de un filtro de textura fina, lavando la sílice con agua tibia y recogiendo el filtrado y las aguas de lavado en un matraz aforado de capacidad apropiada en función de la cantidad de cromo a determinar (véase tabla 1). Colocar el filtro y su contenido en un crisol de platino, secar cuidadosamente e incinerar el filtro, luego calentar a 1 273 K (1 000°C) aproximadamente durante 20 min.

Después de enfriar, agregar al crisol 2 gotas de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.2), 1 ml de la solución de ácido nítrico (véase inciso 4.1) y unos pocos mililitros de la solución de ácido fluorhídrico (véase incisos 4.4) y calentar cuidadosamente hasta desprendimiento de humos blancos de  $\text{SO}_3$ . Luego calentar el crisol justo a sequedad, dejar enfriar, extraer el residuo con un poco de agua si es necesario calentar hasta completar la disolución y agregar esta solución al matraz aforado.

El volumen final de la solución de ensayo, la parte alícuota a tomarse para la determinación, así como el volumen de la solución de aluminio a agregar, se indica en la tabla 1.

#### 7.3.2 Oxidación del Cr (III) a Cr (VI)

Introducir la parte alícuota tomada y la cantidad apropiada de la solución de aluminio (véase inciso 4.12) en un tubo graduado de 30 ml. Agregar 2,0 ml de la solución de hexanitrocerato de amonio (véase inciso 4.8) y homogeneizar los líquidos con una varilla el vidrio de terminal anular (perpendicular a la varilla, de diámetro ligeramente menor que el diámetro del tubo).

**TABLA 1.- Volumen de solución de aluminio**

Contenido de Cr esperado	Volumen final de la solución de ensayo (véase inciso 7.3.1)	Alícuota tomada	Volumen de solución de aluminio (véase inciso 4.12)
% (m/m)	ml	ml	ml
de 0,002 a 0,05	100,0	20,0	0
de 0,03 a 0,3	250,0	10,0	8,0
de 0,2 a 1,5	1 000,0	10,0	9,5

Extraer la varilla y lavarla, así como también las paredes del tubo con un pequeño chorro de agua, recogiendo las aguas de lavado en el tubo hasta obtener un volumen de 30 ml.

Introducir el tubo en un baño de agua hirviendo durante 25 min. Retirar el tubo, enfriarlo primero bajo un chorro de agua fría y luego en baño de hielo hasta alcanzar una temperatura de 278 K a 283 K (5°C a 10°C).

**NOTA:** Usar el mismo baño de hielo para almacenar los ácidos clorhídricos (véase incisos 4.5 y 4.6), la metilisobutilcetona (véase inciso 4.9) y la solución de difenilcarbazida (véase inciso 4.10).

### 7.3.3 Extracción del Cr (VI)

Transferir cuantitativamente la solución a un embudo de decantación de 100 ml que tenga una marca de referencia a 45 ml. Lavar el tubo con un poco de agua y recoger las aguas de lavado en el mismo embudo hasta obtener un volumen de 45 ml. Introducir en el embudo 45 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.5) enfriada, homogeneizar, agregar 25 ml de la metilisobutilcetona (véase inciso 4.9) enfriada y agitar durante 1 min. Dejar que las dos fases se separen, luego extraer la fase ácida y colocarla en otro embudo de decantación de 100 ml. Agregar a este embudo 25 ml de la metilisobutilcetona enfriada y agitar durante 60 s. Dejar que las dos fases se separen, extraer la fase ácida y descartarla. Transferir cuantitativamente la fase orgánica desde el segundo embudo al primero, dejar que las últimas gotas de ácido se separen, extraerlas y descartarlas. Agregar a la fase orgánica 25 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.6) enfriada, agitar durante 5 s, dejar que las dos fases se separen, extraer la fase ácida y descartarla.

### 7.3.4 Pasaje del Cr (VI) en solución acuosa

Extraer el Cr (VI) presente en la fase orgánica tres veces consecutivas, empleando cada vez 25 ml de agua y agitando durante 30 s. Extraer cada vez la fase acuosa recogiénola en un matraz aforado de 100 ml.

### 7.3.5 Desarrollo del color

Agregar al matraz 2,5 ml de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.3), homogeneizar y agregar 2,0 ml de la solución de difenilcarbazida (véase inciso 4.10) enfriada. Aforar y mezclar.

### 7.3.6 Mediciones espectrofotométricas

Después de 10 min y, en todo caso, antes de 60 min, efectuar las mediciones espectrofotométricas de la solución de ensayo y de la solución testigo, a una longitud de onda de 545 nm aproximadamente, después de haber ajustado el espectrofotómetro (véase inciso 5.1) a absorbancia 0 contra agua.

Usar longitudes de paso óptico en función de las características del aparato utilizado para las mediciones.

## 7.4 Establecimiento de la curva de calibración

### 7.4.1 Preparación de las soluciones de referencia

En una serie de ocho tubos graduados de 30 ml, en los cuales ya se ha colocado 10,0 ml de la solución de aluminio (véase inciso 4.12), agregar los volúmenes de la solución patrón de cromo (véase inciso 4.14 ó 4.13), indicados en la tabla 2.

**TABLA 2.- Volumen de solución patrón de Cr**

Volumen de la solución patrón de Cr (véase inciso 4.14)	Masa correspondiente de Cr
ml	µg
0 (*)	0
2,0	4
5,0	10
10,0	20
Volumen de la solución patrón de Cr (véase inciso 4.13)	
ml	
2,0	40
4,0	80
6,0	120
8,0	160

(\*) La prueba testigo de los reactivos usados para la curva de calibración.



Por cada solución de referencia, efectuar la oxidación del cromo y las otras operaciones sucesivas a intervalos de aproximadamente 20 min, de manera que las mediciones espectrofotométricas puedan efectuarse entre 10 min y 60 min después de la adición de la solución difenilcarbazida (véase inciso 4.10).

Con el ritmo previsto, agregar, a cada tubo 2,0 ml de la solución de hexanitrocerato de amonio (véase inciso 4.8), luego proceder de acuerdo al método descrito en el inciso 7.3.2 a partir de la segunda línea y de los incisos 7.3.3. a 7.3.6.

#### 7.4.2 Trazado de la curva de calibración

Deducir la medición de la solución exenta de cromo (término cero) de las lecturas de las soluciones a las cuales se ha agregado el cromo.

Trazar una gráfica llevando, por ejemplo, sobre el eje de las abscisas, los valores expresados en miligramos, de las cantidades de cromo contenidas en 100 ml de solución testigo y sobre el eje de las ordenadas, los valores correspondientes de absorbancia.

**NOTA:** Cuando se renueva la difenilcarbazida, aún si proviene del mismo productor, es aconsejable establecer el índice molar de absorbancia, comprobando uno o varios puntos de la curva de calibración.

## 8 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Calcular el contenido de cromo (Cr), como un porcentaje en masa, por la fórmula:

$$\text{Cr \% (m/m)} = \frac{(A_1 - A_2) \times f \times 100 \times 100 \times D}{1\ 000\ 000\ m}$$

donde:

- A<sub>1</sub> es la absorbancia unitaria de la parte alícuota de la solución de ensayo;
- A<sub>2</sub> es la absorbancia unitaria de la parte alícuota correspondiente de la solución testigo;
- F es el factor evaluado a partir de la curva de calibración (relación entre la concentración de Cr y la absorbancia correspondiente);
- D es la relación entre el volumen de la solución de ensayo al volumen de la alícuota tomada para la reacción coloreada, y
- m es la masa, en gramos, de la porción de ensayo.

## 9 INFORME DEL ENSAYO

El informe del ensayo debe contener las indicaciones siguientes:

- a) La referencia al método utilizado;
- b) Los resultados y el método de expresión usado;
- c) Cualquier característica no usual notada durante la determinación, y
- d) Cualquier operación no incluida en esta norma o de carácter opcional.

## 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-089-1981    | Aluminio y sus aleaciones - Determinación del cromo – Método espectrofotométrico a la defenilcarbazida después de la extracción. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de octubre 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.  |
| ISO 3978:1976     | Aluminium and Aluminium alloys - Determination of Chromium - Spectrophotometric method using diphenylcarbazine, after extraction.  |

## 11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es idéntica a la norma internacional ISO 3978:1976.

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.**  
**DIRECTOR GENERAL.**

AVA/DLR/MRG

**NMX-W-089-SCFI-2003**

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL  
CROMO - MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO A LA  
DIFENILCARBAZIDA DESPUÉS DE LA EXTRACCIÓN  
(CANCELA A LA NMX-W-089-1981)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF  
CHROMIUM - SPECTROPHOTOMETRIC METHOD USING  
DIPHENYLCARBAZIDE, AFTER EXTRACTION**

## 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.

## ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo	Página
1    Objetivo	1
2    Campo de aplicación	1
3    Principio	1
4    Reactivos	2
5    Aparatos	5
6    Preparación de la muestra	5
7    Procedimiento	5
8    Expresión de los resultados	9
9    Informe del ensayo	10
10   Bibliografía	10
11   Concordancia con normas internacionales	10