

CDU
669.71:546.76:543.42

COVENIN
1070-80

MINISTERIO DE FOMENTO



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

NORMA VENEZOLANA

ALUMINIO Y SU ALEACIONES
DETERMINACION DEL CROMO
METODO ESPECTROFOTOMETRICO
USANDO DIFENIL CARBAZIDA

CDU

669.71:546.76:543.42

COVENIN

1070-80

NORMA VENEZOLANA
ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
DETERMINACION DEL CROMO
METODO ESPECTROFOTOMETRICO USANDO
DIFENILCARBAZIDA

TRAMITE:

COMITE TECNICO CTB: MATERIALES METALICOS NO FERROSOS
PRESIDENTE : Dr. RAFAEL RODRIGUEZ P.
SECRETARIO : Ing. DIMAS CHACON
SUBCOMITE SC1 : ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
COORDINADOR : Ing. DIMAS CHACON

P A R T I C I P A N T E S

ENTIDADES

ALCASA

ALCAVE, C.A.

CAMARA DEL ENVASE

CONVEPAL

MARNR

MIN. FOMENTO

UCAB

SURAL, C.A.

VENALUM, C.A.

REPRESENTANTES

Lic. MIGUEL CHINFONG

Ing. RAMON VISO

Ing. LUIS MADRIGAL

Lic. PEDRO ACIEGO

Dr. HORACIO CLERC

Ing. AURELIO USECHE

Ing. JESUS JIMENEZ

Ing. NELSON ACOSTA

Sr. MARCEL GARANTON

Lic. JUVENAL GARCIA

Fecha de envío a Discusión Pública: 4 de Febrero de 1980

Fecha de aprobación por el Comité: 2 de Julio de 1980

Fecha de aprobación por la COVENIN: 12 de Agosto de 1980

NORMA VENEZOLANA
ALUMINIO Y SUS ALEACIONES. DETERMINACION DEL CROMO. METODO ESPECTROFOTOMETRICO USANDO DIFENILCARBAZIDA.

COVENIN
1070-80

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 1073 Método de obtención de muestras de materiales metálicos no ferrosos y sus aleaciones, en forma fundidas, para la determinación de su composición química.

COVENIN 1076 Método de obtención de muestras de materiales metálicos no ferrosos y sus aleaciones trabajadas mecánicamente, para la determinación de su composición química.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 En esta Norma se especifica el método de la difenilcarbazona para la determinación espectrofotométrica del cromo en concentraciones de 0,01 a 0,30% en el aluminio y sus aleaciones.

2.2 Para la correcta determinación del cromo por este método, el contenido de otros elementos, en el aluminio y sus aleaciones deben estar comprendidas dentro de los límites siguientes:

Berilio	= 1	hasta 100 ppm
Bismuto	0,01	" 1 %
Boro	0,001	" 0,060 %
Cobre	0,01	" 20,0 %
Estaño	0,03	" 1,0 %
Hierro	0,01	" 3,0 %
Magnesio	0,01	" 12,0 %
Manganeso	0,01	" 2,0 %
Níquel	0,02	" 4,0 %
Plomo	0,03	" 1,0 %
Silicio	0,05	" 20,0 %

Titanio 0,01.04 hasta 0,5 %
Zinc 0,30 " " " " 10,0 %

3 RESUMEN DEL ENSAYO

Después de la disolución de la muestra en ácido el cromo es oxidado a un estado hexavalente en ácido perclorico fumante. El cromo hexavalente forma un complejo soluble rojo-violeta con el difenilcarbazide. La medición espectrofotométrica se hace en aproximadamente 540 nm.

4 EQUIPO

4.1 Para realizar esta determinación se necesita disponer del material usual en un laboratorio de análisis químico.

4.2 Disponer de un espectrofotómetro, con celda de absorción con un paso de luz de 2 cm.

5 REACTIVOS

5.1 ALUMINIO O ALEACIONES DE ALUMINIO DE BAJO CROMO.

Aluminio o aleaciones de aluminio que contengan menos de 0,0005% de cromo.

5.2 SOLUCION NORMALIZADA DE CROMO (1 ml = 0,08 mg Cr).

Se disuelven 0,2263 g de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) en agua destilada, se transfiere a un frasco volumétrico de 1l, se completa a volumen y se mezcla.

5.3 SOLUCION DIFENILCARBAZIDA ($C_6H_5NHNHCONH-NHC_6H_5$) (10 g/l)

Se disuelve 0,20 g de difenilcarbazida en 20 ml de metanol. Esta se descompone se pocas horas y debe ser recién preparada cuando se necesita.

5.4 SOLUCION DE CLORURO DE SODIO (2 g/litro)

Se disuelve 2 g de cloruro de sodio (NaCl) en agua destilada y se diluye a un litro.

5.5 Acido perclórico (HClO_4).

5.6 Acido Sulfúrico (H_2SO_4).

5.7 Acido Nítrico (HNO_3).

5.8 Acido Fluorhídrico (HF).

5.9 Acido Clorhídrico (HCl).

6. PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

Las muestras a ensayar se prepararán y conservarán de acuerdo a lo que se establece en las Normas COVENIN 1073 y 1076.

7. CONDICIONES DEL ENSAYO

7.1 RANGO DE CONCENTRACION

El rango de concentración recomendado es de 0,004 a 0,08 mg de cromo por 100 ml de solución, cuando se usen celdas que tengan un paso de luz de 2 cm

7.2 ESTABILIDAD DEL COLOR

El color del complejo difenilcarbazida-cromo se desarrolla siempre inmediatamente pero empieza a decolorarse en un período de tiempo muy corto. Las medidas espectrofotométricas deben ser hechas a partir de 5 minutos después de añadir la difenilcarbazida.

8. PRECAUCIONES

8.1 INTERFERENCIAS

Los elementos ordinariamente presentes en el aluminio y sus aleaciones no interfieren si sus concentraciones estan por debajo de los límites máximos establecido en 2.2. Los agentes oxidantes causan rápido decolorido del complejo difenilcarbazida-cromo.

8.2 En el punto 9.2.1 se debe respetar estrictamente el orden en que se añaden los reactivos utilizados en la descomposición de la muestra. De ningún modo se deberá añadir el ácido perclórico directamente al aluminio metálico.

9. PROCEDIMIENTO

9.1 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

9.1.1 Soluciones de calibración

9.1.1.1 Se transfieren 1, 2, 5, 10, 15 y 20 ml de solución normalizada de cromo a 6 matraces de 300 ml cada uno y se diluye a 20 ml con agua destilada. Se añaden 0,500 g de aluminio o aleación de aluminio de bajo cromo (5.1), 7 ml de ácido perclórico (5.5) y 10 ml de ácido sulfúrico (5.6).

9.1.1.2 Se deja reaccionar sin calentar, cuando la reacción se complete se lavan las paredes del matraz con una mínima cantidad de agua destilada y se añaden 5 ml de ácido nítrico (5.7) y 2 ml de ácido fluorhídrico (5.8). Se calienta hasta completar la disolución del metal y del silicio presente, se continúa calentando hasta formación de sales y desprendimiento de humos blancos (Nota 1). Se deja enfriar un poco, se añaden 30 ml de agua destilada y se calienta hasta disolver las sales solubles, se comprueba si la oxidación es completa anadiéndose unas cuantas gotas de permanganato de potasio hasta permanencia del color rosado, el exceso de permanganato de potasio se elimina agregando unas gotas de ácido clorhídrico (5.9) y calentando. Se añaden 5 ml de solución de cloruro de sodio (5.4) (Nota 2) y se dejan hervir por 5 minutos para remover alguna cantidad de cloro formado por la presencia del manganeso oxidado. Se deja enfriar, se transfiere a un balón aforado de 100 ml, se diluye a volumen y se mezcla. Se procede como en 9.1.3.

NOTA 1: Para oxidar completamente el cromo a cromato, es necesario calentar la solución hasta obtener una copiosa emisión de humos blancos de ácido perclórico (HClO_4). Esta operación se ejecutará bajo un sistema de extracción adecuado, se evita calentar hasta sequedad.

NOTA 2: En algunos casos el manganeso es precipitado a dióxido de manganeso (MnO_2) después de la emisión de humos blancos. La solución de cloruro de sodio (NaCl) se añade para disolver residuos de dióxido de manganeso que puedan estar presentes.

9.1.2 Solución de referencia

Se transfieren 0,500 g de aluminio o aleaciones de aluminio de bajo cromo a un matraz de 300 ml. Se añaden 20 ml de agua destilada, 7 ml de ácido perclórico (5.5) y 10 ml de ácido sulfúrico (5.6) se procede como en 9.1.1.2 y 9.1.3.

9.1.3 Desarrollo del color

Se transfiere una alícuota de 5 ml a un frasco volumétrico de 100 ml. Se diluye hasta aproximadamente 90 ml, se añade 1 ml de solución de difelnicarbazida se diluye a volúmen y se mezcla.

9.1.4 Espectrofotometría

Se transfiere una porción adecuada de la solución de referencia a una celda de absorción con un paso de luz de 2 cm y se ajusta el espectrofotómetro a la posición inicial (cero unidades de absorbancia) usando una banda de luz centrada en 540 nm. Manteniendo este ajuste, se procede a tomar la lectura espectrofotométrica de la solución de calibración.

9.2 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE CROMO

9.2.1 Solución a ensayar

Se transfieren 0,500 g de la muestra, pesada con una precisión de 1 mg a un matraz de 300 ml. Se añade en el orden siguiente (ver punto 8.2), 20 ml de agua destilada, 7 ml de ácido perclórico (5.5) y 10 ml de ácido sulfúrico (5.6). Se procede como en 9.1.1.2 y 9.1.3.

9.2.2 Solución de referencia

Se hace una prueba en blanco usando las mismas cantidades de todos los reactivos.

9.2.3 Desarrollo del color

Se procede como en 9.1.3.

9.2.4 Espectrofotometría

Se toma la lectura espectrofotométrica de la solución de ensayo como se especifica en 9.1.4.

10. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

10.1 CURVA DE CALIBRACION

Se grafica la lectura espectrofotométrica de la solución de calibración contra los miligramos de cromo por 100 ml de solución.

10.2 Se convierte la lectura espectrofotométrica de la solución de ensayo a miligramos de cromo por medio de la curva de calibración.

10.3 Se calcula el porcentaje de cromo como sigue:

$$\% \text{ Cr} = \frac{A}{(B \cdot 10)}$$

donde

A = miligramos de cromo encontrados en 100 ml de la solución final.

B = gramos de muestra presentes en 100 ml de la solución final.

BIBLIOGRAFIA

ANSI/ASTM E 34-78. Standard Method for chemical analysis of aluminum and alloys. Vol 12 (1978) Pág. 92.

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

MINISTERIO DE FOMENTO

Edif. Fundación La Salle, 5° piso, Av. Boyacá (Cota Mil)

CARACAS

publicación de:

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN



FONDONORMA