



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL
NÍQUEL - MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE ABSORCIÓN
ATÓMICA (CANCELA A LA NMX-W-084-1981)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINACION OF NICKEL -
ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD**

1 OBJETIVO

Esta norma mexicana establece el método para la determinación de níquel en aluminio y sus aleaciones por espectrofotometría de absorción atómica.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es aplicable a los contenidos de níquel (Ni) comprendidos entre 0,005 % y 3 % (m/m).

3 PRINCIPIO

Disolución de una porción de ensayo en medio ácido clorhídrico.

Atomización de esta solución en una llama aire - acetileno del aparato de absorción atómica.

Comparación de la absorción de la energía de resonancia del níquel (longitud de onda normalmente 232,0 nm) con las soluciones patrones.

4 REACTIVOS

Durante el análisis, usar sólo reactivos del grado analítico y sólo agua destilada o desionizada.

4.1 Ácido clorhídrico, ρ 1,1 g/ml aproximadamente, solución aproximada al 20 % (m/m).

Diluir 500 ml de ácido clorhídrico ρ 1,19 g/ml aproximadamente, solución aproximada al 38 % (m/m) con 500 ml de agua.

4.2 Peróxido de hidrógeno, solución al 30 % (m/m) aproximadamente.

4.3 Ácido sulfúrico, ρ 1,48 g/ml aproximadamente, solución aproximada 58 % (m/m).

Mientras se agita y enfriando, agregar a 40 ml de agua, 50 ml de ácido sulfúrico, ρ 1,84 g/ml aproximadamente, solución aproximada al 96 % (m/m). Enfriar nuevamente; luego diluir al volumen en un matraz aforado de 100 ml y homogeneizar.

4.4 Ácido fluorhídrico, ρ 1,13 g/ml aproximadamente, solución aproximada al 40 % (m/m).

4.5 Ácido nítrico, ρ 1,4 g/ml aproximadamente, solución aproximada al 68 % (m/m).

4.6 Aluminio, solución de base a 20 g/l.

Pesar al 20 g con exactitud de 0,01 g, de aluminio exento de níquel (pureza previamente decapado, e introducirlo en un matraz cónico de 1 000 ml (por ejemplo). Agregar, en pequeñas porciones, 600 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1) y si es necesario una gota de mercurio metálico para facilitar el ataque. Si es necesario, calentar moderadamente para facilitar la disolución, enseguida agregar algunas gotas de la solución de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.2), y hervir por algunos minutos para remover el exceso de peróxido de hidrógeno. Después del enfriamiento, transferir la solución así obtenida cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 ml, diluir al volumen y homogeneizar.

50 ml de esta solución contienen 1 g de aluminio y 30 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1).

5 ml de esta solución contiene 0,1 g de aluminio y 3 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1).

4.7 Níquel, solución patrón correspondiente a 0,125 g de Ni por litro.

Introducir $1 \text{ g} \pm 0,0001 \text{ g}$ de níquel puro (pureza $\geq 99,8 \%$) en un vaso de 400 ml (por ejemplo). Agregar 50 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1) y tapar con un vidrio reloj. Agregar enseguida algunas gotas de la solución de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.1) y calentar moderadamente, si es necesario, hasta la disolución completa del níquel. Luego, hervir por algunos minutos para remover el exceso de peróxido de hidrógeno, enfriar, completar al volumen en un matraz aforado de 1 000 ml y homogeneizar.

Transferir 25,0 ml de esta solución a un matraz aforado de 200 ml; completar al volumen y homogeneizar.

1 ml de esta solución patrón contiene 0,125 mg de Ni.

4.8 Níquel, solución patrón correspondiente a 0,025 g de Ni por litro.

Transferir 20,0 ml de la solución patrón de níquel (véase inciso 4.7) a un matraz aforado de 100 ml; completar al volumen con agua y homogeneizar.

1 ml de esta solución patrón contiene 0,025 mg de Ni.

5 APARATOS

5.1 Material común de laboratorio.

5.2 Bureta, graduada en 0,05 ml.

5.3 Espectrofotómetro de absorción atómica, provisto de un quemador alimentado con aire comprimido y acetileno.

5.4 Lámpara de níquel de cátodo hueco.

6 MUESTREO

El muestreo debe efectuarse de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana de producto.

6.1 Muestra de ensayo

Debe obtener virutas de espesor menor o igual que 1 mm, por fresado o taladrado.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Porción de ensayo

Pesar 1 g con exactitud de 0,001 g, de la muestra de ensayo (véase inciso 6.1).

7.2 Establecimiento de la curva de calibración

7.2.1 Preparación de las soluciones patrones

7.2.1.1 Contenidos de níquel comprendidos entre 0,005 % y 0,3 %.

En una serie de diez matraces aforados de 100 ml, introducir los volúmenes de las soluciones patrones de níquel (véase incisos 4.7 y 4.8) indicadas en la tabla 1, con la ayuda de la bureta (véase inciso 5.1). Luego, agregar a cada matraz 50 ml de la solución de aluminio (véase inciso 4.6), completar al volumen y homogeneizar.

7.2.1.2 Contenidos de níquel comprendidos entre 0,25 % y 3 %.

En una serie de ocho matraces aforados de 100 ml, transferir los volúmenes de la solución patrón de níquel (véase inciso 4.7) indicados en la tabla 2, con la ayuda de la bureta (véase inciso 5.1). Agregar en cada matraz 5 ml de la solución de aluminio (véase inciso 4.6), completar al volumen y homogeneizar.

7.2.2 Mediciones espectrofotométricas y gráfica de la curva de calibración.

Atomizar las soluciones patrones en la llama y medir la intensidad de las radiaciones no - absorbidas a una longitud de onda de 232,0 nm, por ejemplo. Luego graficar la curva de calibración.

7.3 Determinación

TABLA 1.- Contenidos de níquel comprendidos entre 0,005 % y 0,3 %

Solución patrón de níquel (véase inciso 4.8)	Masa correspondiente de níquel	Masa correspondiente de aluminio	Níquel en la muestra
ml	mg	g	% (m/m)
0 (*)	0	1	0
2	0,05	1	0,005
4	0,10	1	0,010
12	0,30	1	0,030
20	0,50	1	0,050
Solución patrón de níquel (véase inciso 4.7)			
ml			
8	1,00	1	0,100
12	1,50	1	0,150
16	2,00	1	0,200
20	2,50	1	0,250
24	3,00	1	0,300

(*) Muestra testigo de los reactivos usados para la curva de calibración.

NOTA: Si es necesario, amplifique adecuadamente la señal del espectrofotómetro para los primeros 4 términos de la curva.

7.3.1 Preparación de la solución de ensayo. Transferir la porción de ensayo (véase inciso 7.1) a un vaso de 250 ml, por ejemplo y tapar. Agregar de 30 ml a 40 ml de agua, luego, en pequeñas porciones, 30 ml de solución ácida clorhídrica (véase inciso 4.1). Si es necesario, calentar moderadamente para completar la disolución. Si es difícil atacar la muestra solo con ácido clorhídrico, agregar una gota de mercurio metálico.

NOTA: En presencia de contenidos de silicio mayores que 1 % proceder como sigue:

TABLA 2.- Contenidos de níquel comprendidos entre 0,25 % y 3 %

Solución patrón de níquel (véase inciso 4.7)	Masa correspondiente de níquel	Masa correspondiente de aluminio	Níquel en la muestra
ml	mg	g	% (m/m)
0 (*)	0	0,1	0
2	0,25	0,1	0,25
4	0,50	0,1	0,50
8	1,00	0,1	1,00
12	1,50	0,1	1,50
16	2,00	0,1	2,00
20	2,50	0,1	2,50
24	3,00	0,1	3,00

(*) Muestra testigo de los reactivos usados para la curva de calibración.

Transferir el filtro que contiene el silicio a un crisol de platino e incinerarlo, cuidando de que no se inflame; luego calcinar a 550°C aproximadamente. Después del enfriamiento, agregar 2 ml de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.3), 5 ml de la solución de ácido fluorhídrico (véase inciso 4.4) y gota a gota, la solución de ácido nítrico (véase inciso 4.5) hasta la obtención de una solución clara (1 ml aproximadamente), evaporar a sequedad y calcinar nuevamente, a 700°C aproximadamente, durante algunos minutos, para volatizar completar el silicio. Después del enfriamiento, disolver la materia no volátil con la menor cantidad posible de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1), filtrar si es necesario y agregar cuantitativamente este filtrado al filtrado previo.

7.3.1.1 Contenidos de níquel comprendidos entre 0,005 % y 0,3 %

Transferir cuantitativamente la solución (véase inciso 7.3.1) a un matraz aforado de 100 ml, completar al volumen y homogeneizar.

Utilizar la curva de calibración (véase inciso 7.2.2).

7.3.2 Contenidos de níquel comprendidos entre 0,25 % y 3 %.

Transferir cuantitativamente la solución (véase inciso 7.3.1) a un matraz aforado de 100 ml completar al volumen y homogeneizar.

Utilizar la curva de calibración (véase inciso 7.2.2).

7.3.3 Mediciones espectrofotométricas.

Medir la absorción de la solución de ensayo y de la solución testigo respectivamente siguiendo el mismo procedimiento utilizado para las soluciones patrones.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Mediante la curva de calibración determinar la cantidad de níquel correspondiente a las mediciones espectrofotométricas de la solución de ensayo y de la solución testigo.

Calcular el contenido de níquel (Ni), como un porcentaje en más, por la fórmula:

$$\text{Ni}\% \text{ (m/m)} = \frac{(m_1 - m_2) \times R}{m_o \times 10}$$

donde:

- m_o es la masa, en gramos, de la porción de ensayo (1 g);
- m_1 es la masa, en miligramos, de níquel encontrada en la solución de ensayo sometida a las lecturas espectrofotométricas;
- m_2 es la masa, en miligramos, de níquel encontrada en la solución del ensayo en blanco, y
- R es la relación entre el volumen de la dilución de la porción de ensayo y el volumen de las soluciones patrones tomadas (100 ml).

9 INFORME DEL ENSAYO

El informe del ensayo debe contener la siguiente información:

- a) La referencia del método usado;
- b) Los resultados y el método de expresión usado;
- c) Cualquier detalle particular notado durante el ensayo, 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-084-1981 Aluminio y sus aleaciones - Determinación del níquel – Método espectrofotométrico de absorción atómica. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 19 de junio 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 3981:1977 Aluminium and aluminium alloys - Determination of nickel - Atomic absorption spectrophotometric method.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es idéntica a la norma internacional ISO 3981 1977.

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.**

AVA/RCG/DLR/MRG

NMX-W-084-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL
NÍQUEL - MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE ABSORCIÓN
ATÓMICA (CANCELA A LA NMX-W-084-1981)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINACION OF NICKEL -
ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC 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.