



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE COBRE - MÉTODO
ESPECTROFOTOMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA
(CANCELA A LA NMX-W-114-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF COPPER - ATOMIC ABSORPTION
SPECTROPHOTOMETRIC METHOD**

1 OBJETIVO

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

2 CAMPO DE APLICACIÓN

2.1 Esta norma mexicana es aplicable para contenidos de cobre (Cu) comprendidos entre 0,005 % y 5 % (m/m).

3 PRINCIPIO

3.1 Disolución de una porción de ensayo con ácido clorhídrico y peróxido de hidrógeno. Atomización de esta solución en una llama aire acetileno (u oxido-nitroso acetileno) del equipo de absorción atómica.

- 3.2 Comparación de la absorción de la energía de resonancia del cobre (longitud de onda 324,7 nm, en general) con las soluciones patrones.

4 REACTIVOS

Durante el análisis, usar solo reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada o desionizada.

- 4.1 Ácido clorhídrico, ρ 1,1 g/cm³, solución aproximada al 20 % (m/m). Diluir 500 cm³ de ácido clorhídrico ρ 1,19 g/cm³, solución aproximada al 33 % (m/m) con 500 cm³ de agua.

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

- 4.3 Ácido sulfúrico, ρ 1,48 g/cm³, solución aproximada al 58 % (m/m).

Mientras se agita y enfriando, agregar a 40 cm³ de agua 50 cm³ de ácido sulfúrico, ρ 1,84 g/cm³, aproximadamente al 96 % (m/m), enfriar nuevamente, luego completar al volumen en un matraz aforado de 100 cm³ y homogeneizar.

- 4.4 Ácido fluorhídrico, ρ 1,13 g/cm³, solución aproximada al 40 % (m/m).

- 4.5 Ácido nítrico, ρ 1,4 g/cm³, solución aproximada al 68 % (m/m).

- 4.6 Aluminio, solución de base a 20 g/dm³.

Se determina su masa al 0,01 g, 20 g de aluminio exento de cobre (pureza 99,9 %), previamente decapado e introducirlo en un matraz cónico de 1 000 cm³ (por ejemplo). Agregar, en pequeñas porciones, 600 cm³ 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 cm³, diluir al volumen y homogeneizar.

50 cm³ de esta solución contiene 1 g de aluminio y 30 cm³ de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1).

5 cm³ de esta solución contienen 0,1 g de aluminio y 3 cm³ de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1).

2 cm³ de esta solución contienen 0,04 g de aluminio y 1,2 cm³ de la solución de ácido clorhídrico (véase inciso 4.1).

4.7 Cobre, solución patrón correspondiente a 0,1 g de Cu por dm^3 .

Introducir $1 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de cobre electrolítico (pureza $\geq 99,95 \%$) en un vaso de 250 cm^3 , por ejemplo, y tapar. Agregar 5 cm^3 de agua y 5 cm^3 de la solución de ácido nítrico (véase inciso 4.5) y calentar moderadamente hasta que la disolución es completa y comienza la cristalización. Completar con agua, y si es necesario, calentar para completar la disolución de las sales. Enfriar, transferir cuantitativamente a un matraz aforado de $1\ 000 \text{ cm}^3$, completar al volumen y homogeneizar.

1 cm^3 de esta solución patrón contiene 0,1 mg de Cu.

4.8 Cobre, solución patrón correspondiente a 0,01 g de Cu por dm^3 . Transferir $10,0 \text{ cm}^3$ de la solución patrón de cobre (véase inciso 4.7) a un matraz aforado de 100 cm^3 ; completar al volumen y homogeneizar.

1 cm^3 de esta solución patrón contiene 0,01 mg de cobre.

5 APARATOS

Equipo usual de laboratorio, y;

5.1 Bureta graduada en $0,05 \text{ cm}^3$.

5.2 Espectrofotómetro de absorción atómica, provisto de un quemador alimentado con aire comprimido u óxido nitroso y acetileno.

5.3 Lámpara de cobre de cátodo hueco.

6 PREPARACIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

Deben ser virutas de espesores menores o iguales a 1 mm, obtenidas por fresado o taladrado.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Porción de ensayo

Pesar a $0,001 \text{ g}$, 1 g de la muestra de ensayo (véase capítulo 6 preparación y conservación de la muestra).

7.2 Establecimiento de las curvas de calibración

7.2.1 Preparación de las soluciones patrones

7.2.1.1 Contenidos de cobre comprendidos entre 0,005 % y 0,05 %.

En una serie de siete matraces aforadas de 100 cm³, introducir los volúmenes de las soluciones patrones de cobre (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 cm³ de la solución de aluminio (véase inciso 4.6), completar al volumen y homogeneizar.

TABLA 1.- Contenidos de cobre entre 0,005 % y 0,05 %

Solución patrón de cobre (véase inciso 4.8)	Masa correspondiente de cobre	Masa correspondiente de aluminio	Cobre en la muestra
cm ³	mg	g	% (m/m)
0 (*)	0	1	0
5	0,05	1	0,005
10	0,10	1	0,01
20	0,20	1	0,02
Solución patrón de cobre (véase inciso 4,7)			
cm ³			
3	0,030	1	0,03
4	0,40	1	0,04
5	0,50	1	0,05

(*) Ensayo en blanco de los reactivos usados para la curva de calibración.

NOTA: Si es necesario, amplificar apropiadamente la señal del espectrofotómetro.

7.2.1.2 Contenidos de cobre comprendidos entre 0,05 % y 0,5 %

En una serie de 7 matraces aforados de 100 cm³ transferir los volúmenes de las soluciones patrones de cobre (véase incisos 4.7 y 4.8) indicadas en la tabla 2, con la ayuda de la bureta (véase inciso 5.1).

Agregar a cada matraz 5 cm³ de la solución de aluminio (véase inciso 4.6), completar el volumen y homogeneizar.

TABLA 2.- Contenidos de cobre entre 0,05 % y 0,5 %

Solución patrón de cobre (véase inciso 4,8)	Masa correspondiente de cobre	Masa correspondiente de aluminio	Cobre en la muestra
cm ³	mg	g	% (m/m)
0 (*)	0	0,1	0
5	0,05	0,1	0,05
10	0,10	0,1	0,10
20	0,20	0,1	0,20
Solución patrón de cobre (véase inciso 4.7)			
cm ³			
3	0,30	0,1	0,30
4	0,40	0,1	0,40
5	0,50	0,1	0,50

(*) Ensayo en blanco de los reactivos usados para la curva de calibración.

NOTA: Si es necesario, amplificar apropiadamente la señal del espectrofotómetro.

7.2.1.3 Contenidos de cobre comprendidos entre 0,5 % y 5 %.

En una serie de 7 matraces aforados de 100 cm³ transferir los volúmenes de la solución patrón de cobre (véase inciso 4.7) indicados en la tabla 3, con la ayuda de la bureta (véase inciso 5.1). Agregar a cada matraz 2 cm³ de la solución de aluminio (véase aluminio 4.6) complementar al volumen y homogeneizar.

TABLA 3.- Contenidos de cobre entre 0,5 % y 5 %

Solución patrón de cobre (véase inciso 4.7)	Masa correspondiente de cobre	Masa correspondiente de aluminio	Cobre en la muestra
cm ³	mg	g	% (m/m)
0 (*)	0	0,04	0
2	0,2	0,04	0,5
4	0,4	0,04	1,0
7	0,7	0,04	1,75
10	1,0	0,04	2,5
15	1,5	0,04	3,75
20	2,0	0,04	5,0

(*) Ensayo en blanco de los reactivos usados para la curva de calibración.

NOTA: Si es necesario, amplificar apropiadamente la señal de espectrofotómetro.

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 324,7 nm, por ejemplo. Luego graficar las curvas de calibración.

7.3 Determinación

7.3.1 Preparación de la solución de ensayo

Transferir la porción de ensayo (véase inciso 7.1) a un vaso de 250 cm³, por ejemplo, y tapar. Agregar de 30 cm³ a 40 cm³ de agua, luego en pequeñas porciones 30 cm³ de la solución ácida clorhídrica (véase inciso 4.1), si es necesario, calentar moderadamente para completar la disolución. Agregar algunas gotas de la solución de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.2) y calentar durante aproximadamente 10 min para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.2) y calentar durante aproximadamente 10 min para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno. Filtrar si es necesario.

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

Transferir el filtro que contiene el silicio a un crisol de platino e incinerarlo, cuidando de que no se inflame; luego calcinar a 823 K (550°C) aproximadamente. Después del enfriamiento agregar 2 cm³ de la solución de ácido sulfúrico (véase inciso 4.3), 5 cm³ 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 cm³ aproximadamente). Evaporar a sequedad y calcinar nuevamente a 973 K (700°C) aproximadamente durante algunos minutos para volatizar completamente 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.

7.3.1.1 Contenidos de cobre comprendido entre 0,005 % y 0,05 %.

Transferir la solución (véase inciso 7.3.1) cuantitativamente a un matraz aforado de 100 cm³ completar al volumen y homogeneizar.

Utilizar la curva de calibración (véase inciso 7.2.1.1).

7.3.1.2 Contenidos de cobre entre 0,05 % y 0,5 %.

Transferir la solución (véase inciso 7.3.1) cuantitativamente a un matraz aforado de 1 000 cm³, completar al volumen y homogeneizar.

Utilizar la curva de calibración (véase inciso 7.2.1.2).

7.3.1.3 Contenidos de cobre comprendidos entre 0,5 % y 5 %.

Transferir la solución (véase inciso 7.3.1) cuantitativamente a un matraz aforado de 500 cm³, completar al volumen y homogeneizar. Luego, transvasar 100,0 cm³ de la solución obtenida a otro matraz aforado de 500 cm³, completar al volumen y homogeneizar.

Utilizar la curva de calibración (véase inciso 7.2.1.3).

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Mediante las curvas de calibración, determinar la cantidad de cobre correspondiente a las mediciones espectrofotométricas de la solución de ensayo y de la solución del ensayo en blanco.

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

$$\text{Cu \% (m/m)} = \frac{(m_1 - m_2) \times R}{m_0 \times 10}$$

donde:

- m_0 es la masa en gramos, de la porción de ensayo (1 g);
- m_1 es la masa en miligramos, de cobre encontrada en la solución de ensayo (total o alícuota) sometida a las lecturas espectrofotométricas;
- m_2 es la masa en miligramos de cobre encontrada en la solución del ensayo en blanco, y
- R es la razón entre el volumen de la dilución de la porción de ensayo total (100 cm³ ó 1 000 cm³ ó 2 500 cm³) y el volumen de las soluciones patrones tomadas (100 cm³).

9 INFORME DEL ENSAYO

El informe del ensayo debe contener las siguientes indicaciones:

- a) La referencia del método usado;
- 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-114-1982	Aluminio y sus aleaciones – Análisis químico - Determinación del cobre – Método espectrofotométrico de absorción atómica. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre 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.
ISO 3980:1977	Aluminium and aluminium alloys - Determination of copper - Atomic absorption spectrophotometric method.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es idéntica a la norma internacional ISO 3980:1977.

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.**

AVA/DLR/MRG

NMX-W-114-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE COBRE - MÉTODO
ESPECTROFOTOMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA
(CANCELA A LA NMX-W-114-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF COPPER - 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.