



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-080-SCFI-2015

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN
ELECTROLÍTICA DEL COBRE EN EL ALUMINIO Y
SUS ALEACIONES – MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELARÁ A LA NMX-W-080-SCFI-2003)**

ALUMINUM AND ITS ALLOYS - ELECTROLYTIC
DETERMINATION OF COPPER IN ALUMINUM AND ITS ALLOYS
– TEST METHOD



PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma Mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALLTUB MÉXICO S.A. DE C.V.
- ALMEXA ALUMINIO S.A. DE C.V.
- ALUMINICASTE FUNDICIÓN MÉXICO S.A. DE C.V.
- ANODIZADOS ESPECIALIZADOS S.A DE C.V.
- CINVESTAV - IPN UNIDAD QUERÉTARO
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES CTNNA
- CUPRUM S.A. DE C.V.
- ELECTROACABADOS DE MÉXICO S.A. DE C.V.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-080-SCFI-2015

- GRUPO VASCONIA S.A.B.
- INSTITUTO DEL ALUMINIO A. C.
- MARUBENI MÉXICO S.A. DE C.V.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO



ÍNDICE DE CONTENIDO

Número y nombre del capítulo		Página
1	Objetivo y Campo de aplicación	1
2	Instrumentos y materiales	2
3	Reactivos y soluciones	2
4	Preparación de la muestra	4
5	Procedimiento	4
6	Expresión de los resultados	8
7	Informe de la prueba	8
8	Concordancia con Normas Internacionales	8
Apéndice A	(Normativo) Casos especiales	9
9	Bibliografía	13



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-080-SCFI-2015

ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN ELECTROLÍTICA DEL COBRE EN EL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES – MÉTODO DE PRUEBA

ALUMINUM AND ITS ALLOYS - ELECTROLYTIC DETERMINATION OF COPPER IN ALUMINUM AND ITS ALLOYS – TEST METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

- 1.1. Este proyecto de Norma Mexicana establece un método electrolítico para la determinación de cobre en las aleaciones de aluminio.
- 1.2. Este proyecto de Norma Mexicana es aplicable para determinar contenido de cobre mayor o igual a 0,50 %.
- 1.3 Este proyecto de Norma Mexicana no se aplica completamente a los siguientes casos especiales, para lo cual ha sido modificada, como se describe en el capítulo apéndice normativo (véase Apéndice A).
 - 1.3.1. Aleaciones que contengan estaño o antimonio (véase 8.1).
 - 1.3.2. Aleaciones que contengan bismuto (véase 8.2).

2 MATERIALES Y EQUIPO

- 2.1 Equipo común de laboratorio.
- 2.2 Celda electrolítica, con un dispositivo apropiado para agitar el electrólito (por ejemplo: un ánodo rotativo o un agitador magnético).
- 2.3 Cátodo cilíndrico con malla de alambre de platino-iridio (electrodo de Winkler).
- 2.4 Ánodo de platino-iridio (en forma de malla o espirales).
- 2.5 Balanza analítica.

3 REACTIVOS Y SOLUCIONES

- 3.1 Etanol de densidad aproximada a 0,816 g/ml al 95 % (V/V) en solución.
- 3.2 Ácido sulfámico ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) cristales.
- 3.3 Ácido bromhídrico, con densidad aproximada a 1,49 g/ml y concentración aproximada de 48 % (V/V)
- 3.4 Ácido clorhídrico; ρ aproximada de 1,19 g/ml y concentración aproximada del 38 % (m/m) (12N).
- 3.5 Ácido clorhídrico al 19% (6N).
 - 3.5.1. En un matraz de 1 000 ml colocar 500 ml de agua, posteriormente adicionar 500 ml de ácido clorhídrico (ver 3.4) lentamente y mezclar.
- 3.6 Ácido fluorhídrico, de densidad aproximada a 1,14 g/ml y concentración aproximada de 40 % (m/m).



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 3.7 Ácido nítrico con densidad de 1,40 g/ml aproximadamente y concentración aproximada de 70 % (V/V) (15 N).
- 3.8 Ácido nítrico, de densidad aproximada 1,23 g/ml aproximadamente solución aproximada del 35% (7,4 N).
- 3.8.1 En un matraz de 1 000 ml colocar 500 ml de agua, posteriormente adicionar 500 ml de ácido nítrico (ver 3.7) lentamente y mezclar.
- 3.9 Ácido perclórico, de densidad aproximada de 1,67 g/ml y concentración aproximada del 70% (11,7 N).
- 3.9.1 Ácido perclórico de densidad 1,54 g/ml (aproximadamente 9 N), también puede usarse 1 000 ml de ácido perclórico (densidad 1,67 g/ml), que es equivalente a 1 270 ml de ácido perclórico (densidad 1,54 g/ml).
- 3.10 Ácido perclórico, densidad 1,33 g/ml aproximadamente y concentración aproximada del 35% (5,8 N).
- 3.10.1 En un matraz de 1 000 ml colocar 500 ml de agua, posteriormente adicionar 500 ml de ácido perclórico (ver 3.9) lentamente y mezclar.
- 3.11 Ácido sulfúrico; ρ aproximada de 1,84 g/ml y concentración aproximada del 96 % (m/m)
- 3.12 Ácido sulfúrico de densidad 1,33 g/ml (aproximadamente solución 11,7 N).
- 3.12.1 En un vaso de precipitados de 250 ml colocar 50 ml de agua y agregar cuidadosamente 35 ml de ácido sulfúrico (ver 3.11), completar con agua a 100 ml, mezclar.
- 3.13 Ácido tartárico, 300 g/l en solución.
- 3.13.1 Disolver 300 g de ácido tartárico ($C_4H_6O_6$) (cristales) en una pequeña cantidad de agua y completarlo después a un volumen de 1 000 ml.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 3.14 Amoniaco de densidad 0,95 g/ml en solución (aproximadamente 7 N).
- 3.14.1 Tomar 500 ml de solución de amoniaco, densidad 0,90 g/ml (aproximadamente solución 14,4 N) y completarlo a un volumen de 1 000 ml con agua.
- 3.15 Agua bromhídrica, solución saturada de bromo.
- 3.16 Mezcla fórmica.
- 3.16.1 Se diluyen 20 ml de ácido fórmico (H-COOH) densidad 1,20 g/ml (aproximadamente solución 24 N) con 50 ml de agua, agregar 3 ml de solución amoniacal (ver 3.13.1) y aforar ese volumen a 100 ml con agua.
- 3.17 Mezcla fórmica, para lavado.
- 3.17.1 Se diluyen 25 ml de la mezcla fórmica (ver 3.15) a 1 000 ml con agua, calentar de 50 °C a 60 °C y saturar con ácido sulfhídrico. Preparar esta solución al momento de usarse.
- 3.18 Solución de rojo de metilo.
- 3.18.1 Disolver 0,10 g de rojo de metilo en 100 ml de etanol al 95 % (V/V) (véase inciso 3.1).

4 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 4.1 Para la preparación de la muestra, deben usarse rebabas no mayores de 1 mm de espesor obtenidas por taladro o por molienda.

5 PROCEDIMIENTO

- 5.1. Principio.
- 5.1.1 Este método consiste en el ataque de una mezcla de ácido perclórico y ácido nítrico.

- 5.1.2. En la deshidratación de silicio en un medio perclórico y filtración de los residuos insolubles.
- 5.1.3. En la volatilización de los residuos de silicio y recuperación del cobre del residuo.
- 5.1.4 En la electrólisis de la solución después de adicionar ácido nítrico.
- 5.2 Muestra

Pesar en balanza analítica la muestra con una precisión de $\pm 0,001$ g, de acuerdo con las cantidades mostradas en tabla 1.

5.3 Determinación

5.3.1 Ataque de la muestra de prueba

Dependiendo del contenido de cobre supuesto, tomar la cantidad de muestra, tal como se indica en la tabla 1, usando las cantidades correspondientes de los reactivos.

Colocar la muestra en un vaso apropiado (cápsula de porcelana o vaso de precipitados); justamente antes de usarse, mezclar las cantidades apropiadas de ácido perclórico (véase 3.10) y ácido nítrico (véase 3.7), agregando pequeñas porciones de esta mezcla nitroperclórica a la porción de prueba, se cubre el vaso con un vidrio de reloj, se calienta moderadamente y en cuanto comience la reacción parar el calentamiento rápidamente. Agregar cuidadosamente el remanente de la mezcla nitroperclórica en pequeñas porciones, enfriando cuando sea requerida.

Si la porción de la muestra es difícil de atacar, agregar unas gotas de ácido clorhídrico (ver 3.5), cuando el ataque es completo evaporar los humos copiosos del ácido perclórico, evitando esparcirlos, continuar evaporando y humeando durante 15 min a 20 min. Dejar enfriar y agregar aproximadamente de 200 ml a 400 ml de agua hervida, dependiendo del tamaño de la cantidad de muestra de prueba. Agitar y hervir durante 5 min.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

TABLA 1.- Cantidad de muestra de prueba para contenidos de cobre.

Cantidad del contenido de cobre %	Cantidad de muestra g	Volumen de ácido perclórico solución 5,8 N (véase 3.10) ml	Volumen de ácido nítrico solución 15 N (véase 3,7) ml
0,50 a 2	5	180	5
de 2 a 5	2	75	5
mayor que 5	1	40	5

5.3.2 Filtración y lavado

Dejar asentar el residuo, calentar (40 °C a 60 °C) y filtrar a través de un filtro de cenizas conocidas y de textura mediana conteniendo pequeños pedazos de pulpa de papel, lavar cuidadosamente el vaso, el residuo y el filtro con agua hervida, juntando el filtrado y el agua del lavado en un vaso apropiado (por ejemplo: de 400 ml a 1 000 ml).

NOTA 1: Lavar cuidadosamente lo mejor posible porque si queda algo de ácido perclórico retenido por la sílice, este puede salir o esparcirse durante la incineración del papel filtro.

5.3.3 Recuperación del cobre del residuo

Colocar el filtro y el residuo en un crisol del platino, secar en horno (con circulación de aire) a 110 °C o 120 °C, posteriormente calcinar la muestra llevando la temperatura cuidadosamente de 500 °C a 600 °C hasta que la combustión del filtro sea completa para evitar pérdidas de cobre. Dejar enfriar y agregar 1 ml del ácido sulfúrico (véase 3.12) de 2 ml a 5 ml de ácido fluorhídrico (véase 3.6), en seguida el ácido nítrico (véase 3.8), gota a gota hasta que la solución empieza a clarificarse totalmente. Evaporar a sequedad sin calcinar, tomando los residuos con un poco de agua caliente y con aproximadamente 1 ml de ácido perclórico (véase 3.10). Disolver por calentamiento, filtrar si es necesario, y agregar la solución obtenida a la solución original.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

5.3.4 Electrólisis

Ajustar el volumen de la solución a 200 ml a 300 ml, agregando a 6 ml a 10 ml de ácido nítrico (véase 3.8) y aproximadamente 1 g de ácido sulfámico (véase inciso 3.2) colocando los electrodos en su posición dentro de la celda, conectándolos a la fuente de tensión. Electrolizar la solución a la temperatura ambiente (40 °C a 50 °C) con una densidad de corriente de 0,5 a 1 Amper por decímetro cuadrado de superficie de cátodo, agitando el electrólito.

NOTA 2: Antes de la electrólisis, calcinar el cátodo de 800 °C a 900 °C y dejarlo enfriar. Introducir el cátodo en etanol (ver 3.1), secar en horno (temperatura entre 100°C y 110°C) hasta que el alcohol se haya evaporado (10 min aproximadamente), colocar en un desecador y pesar después que se haya enfriado.

La forma de probar si el depósito del cobre en el cátodo es completo, es elevando el nivel de electrólito aproximadamente 1 cm por adición de agua. Agregar aproximadamente 1 g de ácido sulfámico (véase inciso 3.2) y continuar la electrólisis de 15 min a 30 min; no se depositará cobre sobre la parte sumergida nuevamente del cátodo si el depósito es completo; si se sigue depositando, continuar la electrólisis por unos minutos más, después agregar más agua hasta que no haya más depósito habiendo logrado este resultado, sin interrupción de la corriente removiendo la celda que contiene el electrólito rápidamente substituirlo con un vaso que contenga suficiente agua hasta cubrir los electrodos completamente.

Después de haber transcurrido unos segundos quitar el vaso e interrumpir la corriente, lavar el cátodo por inmersión rápida en etanol (véase 3.1). Secar el cátodo en horno (100 °C a 110 °C) hasta que se evapore el alcohol (cerca de 10 min), dejar enfriar en un desecador y pesarlo. Cuando la electrólisis ha terminado, la combinación del agua de lavado y el electrólito no debe reaccionar con un reactivo específico para cobre.

NOTA 3: Es conveniente, checar la masa del cátodo, para disolver el cobre depositado en ácido nítrico, lavar el cátodo cuidadosamente y después calcinar de 800 °C a 900 °C de acuerdo al procedimiento descrito en nota 2 para verificar la masa otra vez.

6 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

6.1 Para calcular el contenido de cobre como porcentaje en masa, se determina de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Cu \% (m/m)} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

donde:

- m_0 es la masa en gramos de la muestra;
 m_1 es la masa en gramos del cátodo, antes de la electrólisis, y
 m_2 es la masa en gramos del cátodo con el cobre depositado.

7 INFORME DE LA PRUEBA

7.1 El informe de la prueba debe incluir los siguientes datos:

- a) referencia a esta norma;
- b) los resultados y el método de expresión usados;
- c) características inusuales notadas durante la determinación;
- d) cualquier operación no incluida en esta norma

8 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

8.1 Este proyecto de Norma Mexicana es una adopción modificada de la norma internacional ISO 796:1973 *Aluminium alloys -- Determination of copper -- Electrolytic method*.

8.2 Modificaciones y justificación.

Este proyecto de Norma Mexicana es idéntico a la norma internacional ISO 796:1973 a partir del punto 5.2 y hasta el punto 8.

Se realizaron modificaciones al texto de la norma ISO 797:1973 con el objetivo de facilitar la interpretación y aplicación de este proyecto de norma, haciéndola más clara y más precisa.

¹⁾ Esta norma, es modificada (MOD) con respecto a la Norma ISO 796:1973 Aluminium alloys -- Determination of copper -- Electrolytic method (diciembre de 1973).

APÉNDICE A (NORMATIVO)

Casos especiales

A.1 Casos especiales para aleaciones del aluminio que contienen estaño o antimonio.

A.1.1 Principio del método especial usado

El estaño o antimonio cuando interfieren en la electrodeposición de cobre, son volatilizados de la solución de ácido perclórico como bromuros.

A.1.2 Modificación al método general

En la parte 7 leer tabla A2 en lugar de tabla 1.

Importante: Con el fin de facilitar la ubicación y referencia de las tablas, se sigue la numeración de estas en todo el cuerpo del proyecto, identificando las que pertenecen a este apéndice con el prefijo A.

TABLA A2.- Cantidades de muestra de prueba para contenidos de cobre, estaño o antimonio.

Contenido de cobre	Contenido de estaño o antimonio	Masa de la muestra de prueba	Volumen de ácido perclórico 5, 8 N (ver 3.10)	Volumen de ácido bromhídrico 48 % (ver 3.3)	Volumen de agua bromhídrica (ver 4.15)
%	%	g	ml	ml	ml
0,50 a 2	6	5	250	30	20
	6 a 20	5	250	70	20
Arriba de 2 hasta 5	6	2	110	15	10
	6 a 20	2	110	30	10
Mayor de 5	5	1	70	10	10
	6 a 20	1	70	20	10

Se debe reemplazar lo especificado en 5.3.1 por lo siguiente:

De acuerdo con las cantidades de cobre, estaño o antimonio contenidos, tomar el tamaño de la muestra de prueba mostrada en tabla A2, y usar las correspondientes cantidades de los reactivos para el ataque.

Colocar la muestra en un vaso apropiado (por ejemplo: un vaso de porcelana de 600 ml a 1 000 ml) y agregar la cantidad apropiada de ácido perclórico (ver 3.10) cubrir con un vidrio de reloj y cuidadosamente agregar pequeñas porciones de ácido bromhídrico (ver 3.3) y el agua de bromo (ver 4.15) y mezclar justamente antes de usarse. Esta operación debe llevarse a cabo en una campana y el vaso debe ser calentado moderadamente si se requiere. Cuando el ataque es completo, remover el vidrio de reloj y lavarlo con agua, entonces concentrar la solución por medio de una temperatura gradual hasta que se emitan humos blancos de ácido perclórico. Continuar con la evaporación y emisión durante 5 min, luego cubrir nuevamente con el vidrio de reloj y continuar calentando por 20 min enfriar y agregar de 200 ml a 400 ml de agua hervida dependiendo del tamaño de la muestra usada. Agitar y hervir por 5 min.

A.2 Casos especiales de aleaciones de aluminio con contenido de bismuto

A.2.1 Principio o fundamento

- a) Precipitación del cobre y metales del grupo II por ácido sulfhídrico con ácido fórmico como regulador.
- b) Disolución de sulfuros en ácido nítrico.
- c) Eliminación del bismuto como oxiclورو en dilución de ácido clorhídrico.
- d) Substitución o reemplazo de ácido por ácido perclórico.
- e) Electrólisis de acuerdo al método general.

A.2.2 Modificaciones al método general

Después de 5.3.3 agregar lo siguiente:

5.3.3.1 Precipitación de los metales del grupo II

Concentrar la solución aproximadamente 200 ml y verterla a un matraz cónico de 500 ml de capacidad, lavando cuidadosamente el vaso con un poco de agua agregando los lavados a la solución.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Agregar 25 ml de la solución de ácido tartárico (véase 3.13) por cada gramo de muestra neutralizando con la solución de amoníaco (véase 3.14) usando la solución de rojo de metilo (véase 3.18) como indicador. Agregar 25 ml de la mezcla fórmica (véase 3.16) y concentrar la solución de 200 ml a 250 ml. Calentar a ebullición pasado la solución a una corriente de ácido sulfhídrico, rápidamente primero y lentamente después (aproximadamente de 100 a 120 burbujas por minuto) hasta su saturación (aproximadamente de 15 min a 30 min).

Dejar el reposo a una temperatura entre 40 °C a 50 °C (cerca de 30 min a 40 min), filtrar a través de un filtro de textura media que contenga pequeños pedazos de pulpa de papel lavando de 6 a 8 veces con mezcla fórmica caliente (véase 3.17), teniendo cuidado de que el filtro nunca se seque.

5.3.3.2 Disolución de los sulfuros

Colocar el filtro y el precipitado en el vaso usado para la precipitación de los sulfuros, agregando aproximadamente de 30 ml a 40 ml de ácido nítrico caliente (véase 3.8) y un volumen igual de agua caliente. Tapar el vaso con un vidrio de reloj calentado gradualmente, moviéndolo para desintegrar el papel filtro. Concentrar la solución hasta la aparición de humos nitrosos amarillos. Luego agregar 10 ml de ácido perclórico (véase 3.10) y evaporar hasta la casi completa eliminación de humos blancos de ácido perclórico.

5.3.3.3 Eliminación del bismuto

Después de enfriar llevar a 200 ml aproximadamente con agua caliente, calentando para disolver las sales, agregar 2 o 3 gotas de solución de rojo de metilo (véase 3.18) y finalmente la solución de amoníaco (véase 3.14) gota a gota hasta que el indicador vire a amarillo.

NOTA 4: Cuando el contenido de cobre es alto (4 % a 5 %) el vire del indicador no puede percibirse. En este caso no debe usarse el indicador y la solución debe neutralizarse con solución de amoníaco (ver 3.14), adicionando gota a gota hasta que el característico color azul del complejo cuproamoníaco aparezca. Luego cuidadosamente acidular con el ácido clorhídrico (ver 3.4), adicionando gota a gota, hasta que el complejo cuproamoníaco se descomponga y el color vuelva a azul brillante. Luego adicionar un exceso de 2 ml de ácido clorhídrico (véase 3.4) (pH de la solución 0,7) y diluir a 300 ml con agua hirviendo (pH de la solución 1,3 a 1,6).

Agregar 2 ml de ácido clorhídrico (véase 3.4) (pH de la solución aproximadamente 0,7), diluir a 300 ml con agua hirviendo (pH de la solución 1,3 a 1,6), agitar, conservándolo caliente (60 °C a 70 °C) hasta que la sedimentación sea completa (aproximadamente 4 h) luego permitir su enfriamiento a la temperatura ambiente.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-080-SCFI-2015
12/13

Filtrar (a través de un filtro de vidrio de 3 μ m a 15 μ m); lavar 4 a 5 veces usando porciones de 20 ml a 25 ml de agua hirviendo cada vez. Juntar el filtrado y los lavados en un vaso de precipitados de capacidad conveniente (aproximadamente 500 ml).

5.3.4 Electrólisis

Agregar a la solución 10 ml de ácido perclórico (véase 3.10) y evaporar hasta humos blancos copiosos de ácido perclórico; continuar la evaporación durante 10 min, dejar enfriar, luego adicionar 200 ml de agua hirviendo y agitar hasta que las sales estén completamente disueltas. Agregar de 6 ml a 10 ml de ácido nítrico (véase 3.8) (continuar desde éste inciso en 5.3.4 (2a línea) del método general).



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

9 BIBLIOGRAFÍA

- Norma Oficial Mexicana NOM-008-SCFI-2002 *Sistema General de Unidades de Medida*, Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- NMX-Z-013-SCFI-2015 *Guía para la estructuración y redacción de normas*, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 18 de noviembre de 2015.
- NMX-W-080-SCFI-2003 *Aluminio y sus aleaciones - Determinación electrolítica del cobre en el aluminio y sus aleaciones*, Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 18 de junio de 2003.