



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-083-SCFI-2016

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - FUNDICIÓN –
DETERMINACIÓN DEL ZINC – MÉTODO
ESPECTROMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA A LA
FLAMA**

(CANCELARÁ LA NMX-W-083-SCFI-2003)

ALUMINUM AND ITS ALLOYS –SMELTING - DETERMINATION
OF ZINC - FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRIC
METHOD^[ESJ1]



PROY-NMX-W-083-SCFI-2016

PREFACIO

Con el objetivo de proveer las herramientas normativas correspondientes a las diferentes y muy diversas ramas de la industria del aluminio en México, el Comité Técnico de Normalización Nacional del Aluminio y sus Aleaciones (CTNNAA) ha preparado y revisado el presente Proyecto de Norma Mexicana, con la participación de las siguientes empresas e instituciones:

- ALMEXA ALUMINIO S.A. DE C.V.
- ALUMINICASTE FUNDICIÓN DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- ANODIZADOS ESPECIALIZADOS S.A DE C.V.
- CINVESTAV - IPN UNIDAD QUERÉTARO
- CUPRUM S.A. DE C.V.
- ELECTROACABADOS DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- GRUPO VASCONIA S.A.B.
- INSTITUTO DEL ALUMINIO A. C.
- MARUBENI MÉXICO S.A. DE C.V.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO



PROY-NMX-W-083-SCFI-2016

El presente Proyecto de Norma Mexicana ha sido redactado y estructurado según lo especificado en las normas NMX-Z-013-SCFI-2015 y NMX-Z-021/1-SCFI-2015.

Este Proyecto cancela y sustituye la [Norma](#) NMX-W-083-SCFI-2003, misma que se ha vuelto técnicamente obsoleta debido a los desarrollos técnicos internacionales.

Se hace notar la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento estén sujetos a derechos de patente. Tanto el Comité Técnico como las empresas participantes en el desarrollo de este Proyecto y la Dirección General de Normas no se hacen responsables por la identificación, o no, de cualquiera o todos estos derechos de patente.

Se invita a los receptores de este Proyecto a enviar, junto con sus observaciones, una notificación sobre cualquier derecho de patente correspondiente del que tengan conocimiento y a proporcionar los documentos de soporte.

La Norma Internacional ISO 8994:2011 ISO 5194: 1981 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of zinc content - Flame atomic absorption spectrometric method*, es adoptada por su traducción, con modificaciones nacionales, como Proyecto de Norma Mexicana con el número de referencia PROY-NMX-W-083-SCFI-2016.

En este Proyecto de Norma se han efectuado algunas modificaciones debido a los requisitos legales nacionales y las necesidades particulares de la industria nacional. Estas desviaciones técnicas e información adicional, se ha añadido directamente a los capítulos a que se refieren, y se caracteriza por estar enmarcadas en un cuadro y tener el título "Desviación nacional" o "Nota explicativa nacional". Se recomienda ver el capítulo referente a la concordancia con Normas Internacionales para detalles de las modificaciones y su identificación dentro del texto.

Los cambios editoriales y de redacción provienen de la interpretación y traducción de la Norma Internacional en la que está basado y/o se realizan con el objetivo de cumplir las disposiciones contenidas en las normas NMX-Z-013-SCFI-2015 y NMX-Z-021/1-SCFI-2015, y no representan una modificación al contenido técnico de la norma a menos que se especifique lo contrario.



ÍNDICE DE CONTENIDO

Número y nombre del capítulo		Página
1	Objetivo y Campo de aplicación	1
2	Principio	1
3	Reactivos y soluciones	2
4	Aparatos y equipo	4
5	Muestreo	4
6	Procedimiento	4
6.1	Porción de prueba	
6.2	Preparación de las curvas de calibración	
6.3	Determinación	
7	Expresión de los resultados	10
8	Informe de la prueba	10
9	Concordancia con Normas Internacionales	11
9.1	Grado de concordancia	
9.2	Desviaciones nacionales con respecto a la Norma Internacional	
9.3	Notas explicativas nacionales	
10	Bibliografía	12



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-083-SCFI-2016

ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - FUNDICIÓN - DETERMINACIÓN DEL ZINC - MÉTODO ESPECTROMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA A LA FLAMA

ALUMINUM AND ITS ALLOYS - SMELTING - DETERMINATION
OF ZINC - FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRIC
METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este Proyecto de Norma Mexicana especifica un método espectrofotométrico de absorción atómica a la flama para la determinación del contenido de zinc en aluminio y aleaciones de aluminio.

El método es aplicable a productos cuyo contenido de zinc se encuentra entre 0,002 % y 6 % (*m/m*).

2 PRINCIPIO

Disolución de una porción de muestra en ácido clorhídrico y agua oxigenada. La solución se aspira dentro de una flama de aire-acetileno y se compara la absorbancia de la energía de resonancia del zinc en la solución de prueba (longitud de onda de 213,9 nm normalmente) con las soluciones patrón.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-W-083-SCFI-2016
2/12

3 REACTIVOS Y SOLUCIONES

3.1. Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se mencione agua debe ser destilada o desionizada.

Nota explicativa nacional 1.-

Se recomienda utilizar equipo de vidrio borosilicatado con uniones esmeriladas y evitar el empleo de vidrio al plomo.

3.2 Solución de ácido clorhídrico, $\rho_{\text{aprox}} 1,10$ g/ml, concentración aproximada de 20 % (m/m) o 6 mol/l.

Diluir 500 ml de solución de ácido clorhídrico, $\rho_{\text{aprox}} 1,19$ g/ml, concentración aproximada de 38 % (m/m) o 12 mol/l, con 500 ml de agua.

3.3 Solución de peróxido de hidrógeno, concentración aproximada del 30 % (m/m).

3.4 Solución de ácido sulfúrico, $\rho_{\text{aprox}} 1,48$ g/ml, concentración aproximada 58 % (m/m) o 9 mol/l.

Agregar lentamente 50 ml de solución de ácido sulfúrico, $\rho_{\text{aprox}} 1,84$ g/ml, concentración aproximada de 96 % (m/m) o 18 mol/l, a 40 ml de agua. Agitar y enfriar. Diluir con agua a 100 ml en un matraz volumétrico y mezclar.

3.5 Solución de ácido fluorhídrico, $\rho_{\text{aprox}} 1,13$ g/ml, concentración aproximada de 40 % (m/m).

3.6 Solución de ácido nítrico, $\rho_{\text{aprox}} 1,4$ g/ml, concentración aproximada de 68 % (m/m) o 15 mol/l.

3.7 Solución patrón de zinc, correspondiente a 1 g de Zn por litro.

Pesar en balanza analítica (4.7) 1 g de zinc (pureza $\geq 99,99$ %), transferir a un vaso de 400 ml y cubrir con un vidrio de reloj. Agregar, en pequeñas porciones, 50 ml de solución de ácido clorhídrico (3.2) y calentar ligeramente, si es necesario para completar la disolución. Dejar enfriar y transferir



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-W-083-SCFI-2016
3/12

cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 000 ml, diluir hasta la marca con agua y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 1 mg de zinc.

Nota explicativa nacional 2.-

Un procedimiento alternativo, partiendo de óxido de zinc en lugar de Zn metálico, es el siguiente:

Pesar en balanza analítica (4.7) 1,26 g de óxido de zinc (ZnO) previamente calcinado a 1000 °C durante 1 h y enfriado en un desecador. Introducirlo en un vaso de capacidad apropiada (400 ml, por ejemplo) y disolverlo con 25 ml de ácido clorhídrico (ver 3.2). Transferir cuantitativamente la solución a un matraz volumétrico de 1 000 ml, diluir hasta la marca con agua y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 1 mg de Zn.

3.8 Solución patrón de zinc, correspondiente a 0,05 g de Zn por litro.

Transferir 50,0 ml de solución patrón de zinc (3.9) a un matraz volumétrico de 1 000 ml, diluir hasta la marca y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 0,05 mg de zinc.

3.9 Solución patrón de zinc, correspondiente a 0,01 g de Zn por litro.

Transferir 10,0 ml de solución patrón de zinc (3.9) a un matraz volumétrico de 1 000 ml, diluir con agua hasta la marca y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 0,01 mg de zinc.

3.10 Solución patrón de zinc, correspondiente a 0,001 g de Zn por litro.

Transferir 1,0 ml de solución patrón de zinc (3.9) a un matraz volumétrico de 1 000 ml, diluir con agua hasta la marca y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 0,001 mg de zinc.



4 APARATOS Y EQUIPO

4.1 Material usual de laboratorio, además de lo siguiente.

4.2 Bureta, graduada en 0,05 ml.

4.3 Espectrómetro de absorción atómica, equipado con un quemador de aire-acetileno.

4.4 Aire comprimido (suministrado por una instalación de laboratorio adecuada o cilindros de gas).

4.5 Acetileno, en cilindros de gas.

4.6 Lámpara de zinc de cátodo hueco.

4.7 Balanza analítica precisión de ± 0.001 g.

5 MUESTREO

5.1 Muestras de laboratorio, adecuadamente seleccionadas.

5.2 Muestra de prueba

Utilizar hojuelas, de no más de 1 mm de grosor, obtenidas por cepillado o fresado.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Porción de prueba

Pesar en balanza analítica (4.7) 1 g de muestra de prueba (5.2).

6.2 Preparación de las curvas de calibración

6.2.1 Preparación de las soluciones patrón

6.2.1.1 Contenidos de zinc entre 0,002 % y 0,03 % (m/m)

En una serie de nueve matraces volumétricos de 100 ml, se introducen por medio de una bureta (4.2), los volúmenes de soluciones patrón de zinc (3.9 y



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-W-083-SCFI-2016
5/12

3.10) indicados en la Tabla 1. Se agrega a cada matraz el volumen indicado, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

Tabla 1.- Soluciones patrón para contenidos de Zn entre 0,002 % y 0,03 % (m/m)

Solución patrón de zinc (3.10)	Masa contenida de zinc	Contenido de zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
1,0	0,001	0,001
3,0	0,003	0,003
5,0	0,005	0,005
15,0	0,015	0,015
25,0	0,025	0,025
Solución patrón de zinc (3.9)		
ml	mg	% (m/m)
1,0	0,010	0,010
2,0	0,020	0,020
3,0	0,030	0,030

* Blanco para la curva de calibración de la prueba.

Nota explicativa nacional 3.-

Para contenidos de zinc comprendidos entre 0,002 % y 0,01 %, es aconsejable limitar la curva de calibración a las cuatro primeras diluciones. En este caso, para las medidas fotométricas, se recomienda amplificar de manera conveniente la respuesta del equipo.

6.2.1.2 Contenidos de zinc entre 0,02 % y 0,3 % (m/m)

En una serie de nueve matraces volumétricos de 100 ml, se introducen por medio de una bureta (4.2), los volúmenes de soluciones patrón de zinc (3.9) indicados en la Tabla 2. Se agrega a cada matraz el volumen indicado, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

Tabla 2.- Soluciones patrón para contenidos de Zn entre 0,02 % y 0,3 % (m/m)

Solución patrón de zinc (3.9)	Masa contenida de zinc	Contenido de zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
1,0	0,01	0,01
3,0	0,03	0,03
5,0	0,05	0,05
10,0	0,10	0,10
15,0	0,15	0,15
20,0	0,20	0,20
25,0	0,25	0,25
30,0	0,30	0,30

* Blanco para la curva de calibración de la prueba.

6.2.1.3 Contenidos de zinc entre 0,2 % y 3 % (m/m)

En una serie de nueve matraces volumétricos de 100 ml, se introducen por medio de una bureta (4.2), los volúmenes de soluciones patrón de zinc (3.7 y 3.8) indicados en la Tabla 3. Se agrega a cada matraz el volumen indicado, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

Tabla 3.- Soluciones patrón para contenidos de Zn entre 0,2 % y 3 % (m/m)

Solución patrón de zinc (3.9)	Masa contenida de zinc	Contenido de zinc
ml	mg	% (m/m)
2,0	0,1	0,1
6,0	0,3	0,3
10,0	0,5	0,5
20,0	1,0	1,0
30,5	1,5	1,5
50,0	2,5	2,5

Tabla 3.- (Continúa) Soluciones patrón para contenidos de Zn entre 0,2 % y 3 % (m/m)

Solución patrón de zinc (3.7)	Masa contenida de zinc	Contenido de zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
2,0	2,0	2,0
3,0	3,0	3,0

* Blanco para la curva de calibración de la prueba.

6.2.1.4 Contenidos de zinc entre 3 % y 6 % (m/m)

En una serie de seis matraces volumétricos de 100 ml, se introducen por medio de una bureta (4.2), los volúmenes de solución patrón de zinc (3.7) indicados en la Tabla 4. Se agrega a cada matraz el volumen indicado, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

Tabla 4.- Soluciones patrón para contenidos de Zn entre 3 % y 6 % (m/m)

Solución patrón de zinc (3.7)	Masa contenida de zinc	Contenido de zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
2,0	2,0	2,0
3,0	3,0	3,0
4,0	4,0	4,0
5,0	5,0	5,0
6,0	6,0	6,0

* Blanco para la curva de calibración de la prueba.



6.2.2 Mediciones espectrométricas

Se enciende el espectrómetro (4.3), equipado con la lámpara de zinc de cátodo hueco (4.6), con suficiente anticipación para permitir que se estabilice. Se ajusta la longitud de onda a 213,9 nm, la sensibilidad y abertura de acuerdo a las características del aparato. Se ajusta la presión de aire y de acetileno de acuerdo a las características del espirador-quemador, de tal forma que se obtenga una flama clara, no luminosa y oxidante.

Se aspiran las soluciones patrón (6.2.1.1, 6.2.1.2, 6.2.1.3 o 6.2.1.4) dentro de la flama y se miden sus absorbancias. Se debe tener cuidado de asegurar que el volumen de solución patrón aspirado por unidad de tiempo dentro de la flama se mantenga constante durante todo el proceso de preparación de la curva de calibración.

Nota 1.- Aspirar agua dentro del quemador después de cada medición para limpiar y no alterar la concentración de la solución patrón siguiente.

6.2.3 Trazado de las gráficas

Se trazan las gráficas teniendo, por ejemplo, las masas, en miligramos de zinc contenidos en 100 ml de soluciones patrón o el % masa, como abscisas y sus correspondientes valores de absorbancia, corregidos por el blanco de prueba para la curva de calibración (cero), como ordenadas.

6.3 Determinación

6.3.1 Preparación de la solución de prueba

Se coloca la porción de prueba (6.1) en un vaso de 250 ml y se cubre con un vidrio de reloj. Se agregan alrededor de 30 a 40 ml de agua, y después, en pequeñas porciones, 30 ml de solución de ácido clorhídrico (3.2), calentando ligeramente, si es necesario, para completar la disolución. Se agregan algunas gotas de solución de peróxido de hidrógeno (3.3) y se calienta a ebullición por 10 min para remover el exceso de peróxido de hidrógeno.

Si queda materia sin disolver, indicando la presencia de silicio, se filtra la solución, se transfiere el papel filtro con la materia no reaccionada a un crisol de platino y se incinera, teniendo cuidado de que no se inflame. Se calcina a alrededor de 550 °C. Después se enfría, se agregan 2 ml de solución de ácido sulfúrico (3.4), 5 ml de solución de ácido fluorhídrico (3.5) y, gota por gota, la



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-W-083-SCFI-2016
9/12

solución (alrededor de 1 ml) de ácido nítrico (3.6) de tal manera que se obtenga una solución clara.

Se evapora a sequedad y se calcina de nuevo, a aproximadamente 700 °C, por algunos minutos, para completar la volatilización del silicio. Después de enfriar, se pone en solución la materia no volátil con la menor cantidad posible de solución de ácido clorhídrico (3.2), se filtra, si es necesario, y se agrega cuantitativamente este filtrado a lo que ya se había obtenido.

Nota explicativa nacional 4.-

Inmediatamente antes del empleo, decapar las virutas en un poco de ácido nítrico (3.6). Lavar con agua las virutas decapadas, secar y lavar con acetona.

Se transfiere cuantitativamente la solución (ver 6.3.1) a un matraz volumétrico de 1000 ml, se diluye con agua hasta la marca de aforo y se mezcla.

6.3.1.1 Contenidos de zinc entre 0,002 % y 0,03 % (m/m)

Se usa la curva de calibración 6.2.1.1 para esta solución.

6.3.1.2 Contenidos de zinc entre 0,02 % y 0,3 % (m/m)

Se usa la curva de calibración 6.2.1.2 para esta solución.

6.3.1.3 Contenidos de zinc entre 0,2 % y 3 % (m/m)

Se usa la curva de calibración 6.2.1.3 para esta solución.

6.3.1.4 Contenidos de zinc entre 3 % y 6 % (m/m)

Se usa la curva de calibración 6.2.1.4 para esta solución.

6.3.2 Prueba de un blanco

Se lleva a cabo la prueba de un blanco, en paralelo con los análisis, utilizando el mismo procedimiento y las mismas cantidades de todos los reactivos usados en la determinación.



6.3.3 Mediciones espectrométricas

Se mide la absorbancias de la solución de prueba y las soluciones patrón apropiadas (ver 6.2.1.1, 6.2.1.2, 6.2.1.3 o 6.2.1.4), procediendo como se especifica en 6.2.2, y teniendo cuidado de llevar a cabo las mediciones de la absorbancia de las soluciones de prueba y de la solución blanco, entre dos soluciones patrón que tengan contenido de zinc lo más cercanos posible, respectivamente, a aquellos que se van a determinar.

7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Por medio de las curvas de calibración, se determina la cantidad de zinc correspondiente a las mediciones espectrométricas de la solución de prueba y de la solución blanco. De manera directa se obtiene el % peso de zinc.

El contenido de zinc, Zn, corregido por el peso real de la muestra de prueba es:

$$Zn\% (m/m) = (m_2 - m_1)m_0$$

donde:

- m_0 es la masa, en miligramos reales de la muestra de prueba.
- m_1 es la masa, en miligramos, de zinc encontrado en la solución blanco de la prueba;
- m_2 es la masa, en miligramos, de zinc encontrado en la porción de prueba usada para la medición espectrométrica;

8 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba debe incluir, al menos, la siguiente información:

- identificación de la muestra de prueba;
- referencia al método empleado;
- los resultados y el método de expresión empleado;
- cualquier característica inusual observada durante la determinación;
- cualquier operación no especificada en este Proyecto de Norma Mexicana, o dejada como opcional.



9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

9.1 Grado de concordancia

Este Proyecto de Norma Mexicana es modificado (*MOD*) con respecto con la Norma Internacional ISO 5194: 1981 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of zinc content - Flame atomic absorption spectrometric method*; 15 de noviembre de 1981, y difiere en los puntos listados a continuación.

9.2 Desviaciones nacionales con respecto a la Norma Internacional

Capítulo / Párrafo	Modificación y justificación
Capítulo 3: Reactivos y soluciones	Se modifica la numeración para evitar un párrafo colgante al inicio del capítulo. El párrafo inicial, sin número, en la ISO 5194: 1981, se convierte en 3.1, 3.1 en 3.2, 3.2 en 3.3, etc. La nueva numeración se ha ajustado a todo el documento.
Capítulo 4: Aparatos y equipo	Se modifica la numeración para evitar un párrafo colgante al inicio del capítulo. El párrafo inicial, sin número, en la ISO 5194: 1981, se convierte en 4.1, 4.1 en 4.2, 4.2 en 4.3, etc. La nueva numeración se ha ajustado a todo el documento. Se adiciona como equipo la balanza analítica para exactitudes de peso de 0.0001 g
5.1	Se elimina la nota 1) y se agrega el texto: adecuadamente seleccionadas. Para lo cual se pueden seguir las especificaciones de manuales, normas, o planes de muestreo internos.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-W-083-SCFI-2016
12/12

Capítulo / Párrafo	Modificación y justificación
Capítulo 6: Procedimiento	6.2.1.1 a 6.2.1.4 Se modifica la preparación de las soluciones para un resultado directo. 6.3.1 a 6.3.3 se indica la comparación de manera directa sin realizar otra preparación con la solución de prueba y por lo mismo se ajusta la medición de la concentración.
Capítulo 7: Expresión de resultados.	De acuerdo a los cambios que se realizaron se ajustó la determinación de la concentración.

9.3 Notas explicativas nacionales

Las notas explicativas nacionales que se añaden a este Proyecto de Norma Mexicana, no representan una modificación al texto original de la ISO 5194: 1981, y tienen como objetivo realizar aclaraciones y/o recomendaciones sobre los puntos a los que se refieren.

10 BIBLIOGRAFÍA

- NMX-Z-021/1-SCFI-2015 *Adopción de normas internacionales*; publicada en el Diario Oficial de la Federación el 11 de enero de 2016.
- 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.
- Norma Oficial Mexicana NOM-008-SCFI-2002 *Sistema General de Unidades de Medida*; publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.