



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-084-SCFI-2015

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL
NÍQUEL - MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE
ABSORCIÓN ATÓMICA**

(CANCELARÁ LA NMX-W-084-SCFI-2003)

**ALUMINUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF NICKEL-
ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC 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- W-084-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	1
2	Campo de aplicación	1
3	Principio	2
4	Reactivos y soluciones	2
5	Aparatos y equipo	3
6	Muestreo	4
7	Procedimiento	4
8	Expresión de los resultados	7
9	Informe de la prueba	7
10	Concordancia con Normas Internacionales	8
11	Bibliografía	9



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-084-SCFI-2015

ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL NÍQUEL - MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA

ALUMINUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF NICKEL- ATOMIC ABSORTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD

1 OBJETIVO

Este proyecto Norma Mexicana establece el método para la determinación de níquel en aluminio y sus aleaciones por espectrofotometría de absorción atómica.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Este proyecto de Norma Mexicana es aplicable a los contenidos de níquel (Ni) comprendidos entre 0,005 % y 3 % (m/m).

3 PRINCIPIO

3.1 Disolución de una muestra con ácido clorhídrico.

3.2 Atomización de esta solución en una flama de aire - acetileno en el equipo de absorción atómica.

3.3 Comparación de la absorción de la energía de resonancia del níquel a una longitud de onda de 232,0 nm con las soluciones patrón.

4 REACTIVOS Y SOLUCIONES

4.1 Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser reactivos analíticos a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada.

4.1.1 Ácido clorhídrico (ρ aproximada de 1,19 g/ml, concentración aproximada al 38 % (m/m)).

4.1.2 **Ácido clorhídrico, ρ aproximada de 1,1 g/ml, concentración aproximada de 20 % (m/m).**

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

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

4.1.4 **Ácido sulfúrico, ρ aproximada de 1,48 g/ml, concentración aproximada de 58 % (m/m).**

Agregar lentamente 50 ml de ácido sulfúrico (ρ aproximada de 1,84 g/ml y concentración aproximada del 96 % (m/m)), a 40 ml de agua y agitar. Enfriar, pasar la solución a un matraz volumétrico de 100 ml, aforar con agua destilada y mezclar.

4.1.5 Ácido fluorhídrico, ρ aproximada 1,13 g/ml, concentración aproximada de 40 % (m/m).

4.1.6 Ácido nítrico, ρ aproximada 1,4 g/ml, concentración aproximada de 68 % (m/m).

4.1.7 Níquel, solución patrón con 0,125 g/l.

Pesar en balanza analítica 1 g +/- 0,001 g de níquel puro (pureza 99,8 %) en un vaso de precipitados de 400 ml. Agregar 50 ml de solución de ácido clorhídrico (ver 4.1.1) y tapar con un vidrio reloj. Adicionar enseguida algunas gotas de solución de peróxido de hidrógeno (ver 4.1.1) y calentar moderadamente, hasta disolución completa del níquel. Hervir por algunos minutos para remover el exceso de peróxido de hidrógeno y enfriar.

Transferir la solución a un matraz volumétrico de 1 000 ml, aforar con agua destilada y mezclar.

Transferir 25,0 ml de esta solución a un matraz volumétrico de 200 ml; aforar con agua destilada y mezclar.

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

4.1.8 Níquel, solución patrón con 0,025 g/l.

Transferir 20,0 ml de la solución patrón de níquel (ver 4.7) a un matraz volumétrico de 100 ml; aforar con agua destilada y mezclar.

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

5 APARATOS Y EQUIPO

Material usual de laboratorio además de lo siguiente:

- a) Espectrofotómetro de absorción atómica, provisto de un quemador para aire comprimido- acetileno.
- b) Bureta, graduada en 0,05 ml.
- c) Lámpara de níquel de cátodo hueco.
- d) Balanza analítica con precisión de $\pm 0,001$ g.

6 MUESTREO

6.1 Muestra de ensayo

Muestra en forma de viruta o rebaba, de espesor menor o igual que 1 mm obtenidas por fresado o cepillado.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Cantidad de muestra

Pesar en balanza analítica y lo más exacto posible 1,0 g de la muestra a analizar (ver 6.1).

7.2 Preparación de la curva de calibración

7.2.1 Preparación de las soluciones patrón.

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

En una serie de diez matraces volumétricos de 100 ml, introducir con la ayuda de una bureta (ver 5.3), los volúmenes de las soluciones patrones de níquel (ver 4.1.7 y 4.1.8), indicadas en tabla 1. Aforar con agua y mezclar.

TABLA 1.- Volúmenes de la solución patrón para contenidos de Níquel entre 0,005 % y 0,3 %

Solución patrón de Níquel (ver 4.1.8)	Masa correspondiente de níquel
ml	mg
0*	0
2	0,05
4	0,10
12	0,30
20	0,50

*Blanco: Muestra testigo de reactivos usados en la curva de calibración



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

TABLA 1.- Continúa

Solución patrón de Níquel (ver 4.1.7)	Masa correspondiente de níquel
ml	mg
8	1,00
12	1,50
16	2,00
20	2,50
24	3,00

NOTA1.- Si es necesario, amplificar adecuadamente la señal del espectrofotómetro para los primeros 4 términos de la curva.

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

En una serie de ocho matraces aforados de 100 ml, introducir con la ayuda de una bureta (ver 5.3), los volúmenes de las soluciones patrón de níquel (ver 4.1.7) indicados en tabla 2. Aforar con agua y mezclar.

TABLA 2.- Volúmenes de la solución patrón para contenidos de Níquel entre 0,25 % y 3,0 %

Solución patrón de Níquel (ver 4.1.7)	Masa correspondiente de níquel
ml	mg
0*	0
2	0,25
4	0,50
8	1,00
12	1,50
16	2,00
20	2,50
24	3,00

*Blanco: Muestra testigo de reactivos usados en la curva de calibración

7.2.2 Mediciones espectrofotométricas y gráfica de la curva de calibración.

Atomizar las soluciones patrón en la flama y medir la absorbancia a una longitud de onda de 232,0 nm. Posteriormente graficar la curva de calibración (masa de níquel contra absorbancia leída).

7.3 Determinación

7.3.1 Preparación de la solución de la muestra.

Colocar la porción de ensayo (ver 7.1) en vaso de precipitados 250 ml. Adicionar 35 ml de agua aprox., luego en pequeñas cantidades, 30 ml de solución de ácido clorhídrico (ver 4.1.2). Si es necesario, calentar moderadamente para completar la disolución.

Si no se logra la disolución completa de la muestra adicionar una gota de mercurio metálico. Filtrar si es necesario.

7.3.1.1 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 que no se inflame y calcinar a 550 °C aproximadamente. Dejar enfriar y después adicionar 2 ml de solución de ácido sulfúrico (ver 4.1.4), 5 ml de solución de ácido fluorhídrico (ver 4.1.5) y gota a gota un poco de ácido nítrico (ver 4.1.6) 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 completamente el silicio.

Dejar enfriar y disolver la materia no volátil con la menor cantidad posible de solución de ácido clorhídrico (ver 4.1.2), filtrar si es necesario y agregar cuantitativamente este filtrado al filtrado previo.

Transferir cuantitativamente la solución (ver 7.3.1) a un matraz volumétrico de 100 ml, aforar con agua y mezclar.

7.3.2 Mediciones espectrofotométricas.

Atomizar la solución de la muestra y medir su absorbancia, realizar lo mismo con la solución testigo, siguiendo en ambos casos, el mismo procedimiento

utilizado para las soluciones patrón. A partir de la absorbancia leída, obtener de las gráficas realizadas (ver 7.2.2) la concentración que le corresponde.

7.3.2.1. Contenidos de níquel entre 0,005 % y 0,3 %.

Utilizar la curva de calibración (ver inciso 7.2.1.1).

7.3.2.2. Contenidos de níquel entre 0,25 % y 3 %

Utilizar la curva de calibración (ver inciso 7.2.1.2).

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 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 (blanco).

8.2 Calcular el contenido de níquel (Ni), como un por ciento masa, con la siguiente ecuación (1):

$$Ni \% \left(\frac{m}{m} \right) = \frac{(m_2 - m_1) \times R}{m_0 \times 10} \quad (1)$$

donde:

m_o es la masa, en gramos, de la muestra de ensayo (1 g);

m_1 es la masa, en miligramos, de níquel encontrada en la solución blanco de ensayo;

m_2 es la masa, en miligramos, de níquel encontrada en la solución del ensayo (total o alícuota) sometida a las lecturas espectrofotométricas y

R es la relación entre el volumen de la dilución de la porción de ensayo y el volumen de las soluciones patrón tomadas (100 ml).

9 INFORME DE LA PRUEBA

El informe del ensayo debe contener al menos la siguiente información:

- a) referencia a esta Norma Mexicana.
- b) el método empleado;
- c) los resultados y el método de expresión usado;
- d) cualquier observación particular durante el ensayo, y
- e) cualquier operación no incluida en esta norma o de carácter opcional.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

10.1 Grado de concordancia

Este proyecto de Norma Mexicana coincide básicamente¹⁾ con la Norma Internacional ISO 3981:1977 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of nickel - Atomic absorption spectrophotometric method*; febrero de 1977, y difiere en los puntos enlistados en 10.2

10.2 Desviaciones nacionales

A continuación se enlistan las desviaciones de este proyecto de Norma Mexicana con respecto a la ISO 3981:1977.

Capítulo / Párrafo	Modificación y justificación
4 y 5 (parcialmente)	Se modificó el contenido para hacer más fácil su interpretación y aplicación. Se eliminó del texto del Proyecto cualquier referencia a la influencia del aluminio sobre la cantidad de níquel medida en el ensayo, ya que se ha demostrado que esta no existe por tener ambos longitudes de onda diferentes.
7 y 8 (totalmente)	

¹⁾ Esta norma, es modificada (MOD) con respecto a la Norma ISO 3981:1977 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of nickel - Atomic absorption spectrophotometric method*; febrero de 1977.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

11 BIBLIOGRAFÍA

- NMX-W-084-SCFI-2003 *Aluminio y sus aleaciones - Determinación del níquel – Método espectrofotométrico de absorción atómica*; publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2 de diciembre de 2003.
- 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.