



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

**PROYECTO DE NORMA MEXICANA**

**PROY-NMX-W-088-SCFI-2015**

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

**(CANCELARÁ LA NMX-W-088-SCFI-2003)**

ALUMINUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF  
MAGNESIUM- 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-088-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**

<b>Número y nombre del capítulo</b>		<b>Página</b>
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	8
9	Informe de la prueba	9
10	Concordancia con Normas Internacionales	9
11	Bibliografía	10



## **PROYECTO DE NORMA MEXICANA**

### **PROY-NMX-W-088-SCFI-2015**

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

## **ALUMINUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF MAGNESIUM- ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD**

### **1 OBJETIVO**

Este proyecto de Norma Mexicana establece el método espectrofotométrico de absorción atómica para la determinación de magnesio en aluminio y sus aleaciones.

### **2 CAMPO DE APLICACIÓN**

Este proyecto de Norma Mexicana es aplicable a productos que tienen un contenido de magnesio comprendido entre 0,01 % y 5 %.



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

### 3 PRINCIPIO

**3.1** Disolución de la porción de ensayo con ácido clorhídrico y peróxido de hidrógeno. Atomización de esta solución en una llama aire-acetileno en presencia de cloruro de estroncio o en una llama de nitrógeno-acetileno del equipo de absorción atómica.

**3.2** Comparación de la absorción de la energía de resonancia del magnesio (longitud de onda 285,2 nm normalmente, 0 279,6 nm menos sensible) con las soluciones patrones.

### 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  $\rho$  aproximada de 1,19 g/ml, concentración aproximada del 38 % (m/m).

**4.1.2** **Ácido clorhídrico;  $\rho$  1,1 g/ml aproximadamente, concentración aproximada al 20 % (m/m).**

Diluir 500 ml de ácido clorhídrico,  $\rho$  1,19 g/ml aproximadamente, solución aproximada del 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;  $\rho$  1,48 g/ml aproximadamente, concentración aproximada del 58 % (m/m).**

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

**4.1.5** Ácido fluorhídrico;  $\rho$  1,13 g/ml aproximadamente, solución aproximada al 40 % (m/m).

**4.1.6** Ácido nítrico;  $\rho$  1,14 g/ml aprox., solución aproximada al 68 % (m/m).



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

#### **4.1.7 Cloruro de estroncio ( $\text{SrCl}_2$ ); solución a 50 g/l.**

Pesar 76 g de  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  con exactitud de 0,01 g; transferirlo a un vaso de tamaño apropiado (400 ml por ejemplo) y disolverlo en 400 ml de agua. Transvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 500 ml; diluir al volumen y homogeneizar.

Conservar esta solución en una botella de material plástico.

#### **4.1.8 Magnesio; solución patrón a 1 g/L**

Pesar en balanza analítica y lo más exacto posible, 1,0 g de magnesio extra puro (pureza  $\geq 99,95\%$ ) transferirlo a un matraz cónico de tamaño apropiado (1 000 ml por ejemplo). Agregar aproximadamente 200 ml de agua, luego 30 ml de ácido clorhídrico (ver 4.1.1) y tapar. Cuando la solución es completa, transvasar cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 1 000 ml; aforar al volumen y mezclar.

1 ml de esta solución contiene 1 mg de magnesio.

#### **4.1.9 Magnesio; solución patrón a 0,05 g/L**

Transferir 50,0 ml de la solución patrón de magnesio (ver 4.1.8) a un matraz aforado de 1 000 ml; diluir al volumen y homogeneizar.

1 ml de esta solución contiene 0,05 mg de magnesio.

## **5 APARATOS Y EQUIPOS**

Material usual de laboratorio, además de lo siguiente:

- a) bureta, graduada en 0,05 ml;
- b) espectrofotómetro de absorción atómica, provisto de un quemador alimentado con aire comprimido, acetileno y/o monóxido de dinitrógeno;
- c) lámpara de magnesio de cátodo hueco; y
- d) balanza analítica con precisión de 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 taladrado.

## 7 PROCEDIMIENTO

### 7.1 Porción de ensayo

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

### 7.2 Preparación de las curvas de calibración

#### 7.2.1 Preparación de las soluciones patronales.

##### 7.2.1.1 Contenido de magnesio entre 0,01 % y 0,05 %.

Es una serie de seis matraces aforados de 250 ml, introducir los volúmenes de la solución patrón de magnesio (ver 4.1.9) indicados en la tabla 1, usando la bureta (ver 5.2). Sólo cuando se usa flama aire/acetileno, adicionar 20 ml de la solución de cloruro de estroncio (ver 4.1.8). Diluir al volumen y homogeneizar.

**TABLA 1.- Volúmenes de la solución patrón de magnesio, para contenidos de magnesio entre 0,01 % y 0,05 %.**

Solución patrón de magnesio (ver 4.1.9)	Masa correspondiente de magnesio	Magnesio en la muestra
ml	mg	%
0 (*)	0	0
2	0,10	0,01
4	0,20	0,02
6	0,35	0,03
8	0,40	0,04
10	0,50	0,05





SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

### 7.2.1.2 Contenido de magnesio entre 0,05 % y 0,25 %.

En una serie de seis matraces de 250 ml, introducir los volúmenes de la solución patrón de magnesio (ver 4.1.9) indicada en la tabla 2, usando la bureta (ver 5.2). Sólo cuando se usa flama aire/acetileno, adicionar 5 ml de la solución de cloruro de estroncio (ver inciso 4.1.7). Diluir y homogeneizar.

**TABLA 2.- Volúmenes de la solución patrón de magnesio para contenidos de magnesio entre 0,05 % y 0,25 %.**

Solución patrón de magnesio (ver 4.1.9)	Masa correspondiente de magnesio	Magnesio en la muestra
ml	mg	%
0 (*)	0	0
10	0,50	0,05
20	1,00	0,10
30	1,50	0,15
40	2,00	0,20
50	2,50	0,25

\* Ensayo en blanco de los reactivos de la curva de calibración

### 7.2.1.3 Contenido de magnesio entre 0,20 % y 1 %

En una serie de seis matraces aforados de 250 ml, introducir los volúmenes de la solución patrón de magnesio (ver 4.1.8) indicados en la tabla 3, usando la bureta (ver 5.2). Solo cuando se usa flama aire/acetileno, adicionar 5 ml de solución de cloruro de estroncio (ver 4.1.7). Diluir al volumen y homogeneizar.

**TABLA 3.- Volúmenes de la solución patrón de magnesio para contenidos de magnesio entre 0,20 % y 1 %**

Solución patrón de magnesio (ver 4.1.8)	Masa correspondiente de magnesio	Magnesio en la muestra
ml	mg	%
0 (*)	0	0
2	2,00	0,2
4	4,00	0,4



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

**TABLA 3.- Continúa**

Solución patrón de magnesio (ver 4.1.8)	Masa correspondiente de magnesio	Magnesio en la muestra
ml	mg	%
6	6,00	0,6
8	8,00	0,8
10	5,00	1,0

\* Ensayo en blanco de los reactivos de la curva de calibración.

**7.2.1.4 Contenido de magnesio entre 1 % y 5 %**

En una serie de seis matraces aforados de 250 ml, introducir los volúmenes de la solución patrón de magnesio (ver 4.1.8) indicados en la tabla 4, usando la bureta (ver 5.2). Solo cuando se usa flama aire/acetileno, adicionar 5 ml de la solución de cloruro de estroncio (ver inciso 4.1.7). Diluir al volumen y homogeneizar.

**TABLA 4.- Volúmenes de la solución patrón de magnesio, para contenidos de magnesio entre 1 % y 5 %**

Solución patrón de magnesio (ver 4.1.8)	Masa correspondiente de magnesio	Magnesio en la muestra
ml	mg	%
0 (*)	0	0
10	10,0	1
20	20,0	2
30	30,0	3
40	40,0	4
50	50,0	5

\* Ensayo en blanco de los reactivos de la curva de calibración

## **7.2.2 Medición espectrofotométrica y gráfica de la curva de calibración**

Atomizar las soluciones patrón en la flama y medir la absorbancia a una longitud de onda de 285,2 nm. Posteriormente graficar la curva de calibración (masa de níquel contra absorbancia leída).

## **7.3 Determinación**

### **7.3.1 Preparación de la solución de ensayo.**

Transferir la porción de ensayo (ver 7.1) a un vaso de tamaño adecuado por ejemplo 250 ml, y tapar. Agregar aproximadamente 30 ml a 40 ml de agua, luego en pequeñas porciones, 20 ml de solución ácido clorhídrico (ver 4.1.2), si es necesario, calentar moderadamente para completar la disolución. Agregar unas 5 gotas de la solución de peróxido de hidrógeno (ver 4.1.3) y durante 10 min aproximadamente hervir para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno. 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 de que no se inflame, luego calcinar a 823 K (550°C) aproximadamente. Después del enfriamiento, agregar 2 ml de la solución de ácido sulfúrico (ver 4.1.4) 5 ml de la solución de ácido fluorhídrico (ver 4.1.5) y, gota a gota, un poco de ácido nítrico (ver inciso 4.1.6) hasta la obtención de una solución clara (1 ml 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 (ver 4.1.2), filtrar si es necesario y agregar cuantitativamente el filtrado al filtrado previo.

Transferir cuantitativamente la solución (ver 7.3.1) en un matraz aforado de 250 ml. Agregar, sólo en el caso de la llama aire-acetileno, 20 ml de la solución de cloruro de estroncio (ver 4.1.7), diluir al volumen y homogeneizar.

### 7.3.2. Medicines 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. Contenido de magnesio entre 0,01 % y 0,05 %

Utilizar la curva de calibración indicada en el inciso 7.2.1.1

#### 7.3.2.2. Contenido de magnesio entre 0,05 % y 0,25 %

Utilizar la curva de calibración indicada en el inciso 7.2.1.2.

#### 7.3.2.3. Contenido de magnesio entre 0,05 % y 1 %

Utilizar la curva de calibración indicada en el inciso 7.2.1.3.

#### 7.3.2.4. Contenido de magnesio entre 1 % y 5 %

Utilizar la curva de calibración indicada en el inciso 7.2.1.4.

## 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 (blanco).

Calcular el contenido de magnesio (Mg), como por ciento en masa por la fórmula:

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

donde:

$m_0$  es la masa, en gramos, de la porción de ensayo (1,0 g);

$m_1$  es la masa, en miligramos, de magnesio encontrada en la solución del ensayo en blanco;

- $m_2$  es la masa, en miligramos, de magnesio encontrada en la solución de ensayo (total o parte alícuota) sometida a las lecturas espectrofotométricas, y
- R es la relación entre el volumen de la dilución de la porción de ensayo total (250 ml ó 1 250 ml ó 5 000 ml ó 25 000 ml) y el volumen de las soluciones patrones tomadas (250 ml).

## **9 INFORME DE LA PRUEBA**

El informe del ensayo debe contener la siguiente información:

- a) referencia a esta Norma Mexicana;
- b) el método usado;
- c) los resultados y el método de expresión usado;
- d) cualquier detalle particular notado 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**

Esta norma coincide básicamente<sup>1)</sup> con la Norma Internacional ISO 3256 1977 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of magnesium - Atomic absorption spectrophotometric method*, junio de 1976; 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 Norma Internacional ISO 3256 1977.

<b>Capítulo / Párrafo</b>	<b>Modificación y justificación</b>
4 y 5 (parcialmente)	Se modificó el contenido para hacer más fácil su interpretación y aplicación.

<sup>1)</sup> Esta norma, es modificada (MOD) con respecto a la Norma ISO 3256:1977 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of magnesium - Atomic absorption spectrophotometric method*, junio de 1976.



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

<b>Capítulo / Párrafo</b>	<b>Modificación y justificación</b>
7 y 8 (totalmente)	Se eliminó del texto del Proyecto cualquier referencia a la influencia del aluminio sobre la cantidad de magnesio medida en el ensayo, ya que se ha comprobado que esta no existe por tener ambos longitudes de onda distintas.

## **11 BIBLIOGRAFÍA**

- NMX-W-088-SCFI-2003 *Aluminio y sus aleaciones – Determinación de magnesio – Método espectrofotométrico de absorción atómica*; publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de septiembre de 2013.
- 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.