



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-114-SCFI-2015

ALUMINIO Y SUS ALEACIONES –FUNDICIÓN- ANÁLISIS QUÍMICO – DETERMINACIÓN DE COBRE – MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA (CANCELARÁ LA NMX-W-114-SCFI-2003)

**ALUMINUM AND ITS ALLOYS –SMELTING- CHEMICAL
ANALYSIS – DETERMINATION OF COPPER – ATOMIC
ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD**



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

PROY-NMX-114-SCFI-2015

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-114-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 DEL CONTENIDO

Número y título del capítulo	Página
1 Objetivo	1
2 Campo de aplicación	1
3 Principio	1
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	8
10 Concordancia con Normas Internacionales	8
11 Bibliografía	9



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-W-114-SCFI-2015

ALUMINIO Y SUS ALEACIONES –FUNDICIÓN- ANÁLISIS QUÍMICO – DETERMINACIÓN DE COBRE – MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE ABSORCIÓN ATÓMICA

ALUMINUM AND ITS ALLOYS –SMELTING- CHEMICAL ANALYSIS – DETERMINATION OF COPPER – ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD

1 OBJETIVO

Este proyecto de 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

Este proyecto de Norma Mexicana es aplicable para contenidos de cobre (Cu) comprendidos entre 0,005 % y 5 % (m/m).

3 PRINCIPIO

Disolución de una muestra con ácido clorhídrico y peróxido de hidrógeno. Atomización de esta solución en una flama aire/acetileno o en una flama de óxido-nitroso/acetileno en el equipo de absorción atómica.

Comparación de la absorción de la energía de resonancia del cobre a una longitud de onda de 324,7 nm con las soluciones patrón.

4 REACTIVOS Y SOLUCIONES

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

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

- 4.2 Peróxido de hidrógeno, concentración aproximada de 30 % (m/m).

- 4.3 Ácido sulfúrico, ρ aproximada de 1,48 g/ml y concentración aproximada del 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.

- 4.4 Ácido fluorhídrico, ρ aproximada de 1,13 g/ml y concentración aproximada del 40% (m/m).

- 4.5 Ácido nítrico, ρ aproximada de 1,14 g/ml y concentración aproximada del 68 % (m/m).

- 4.6 Aluminio, solución con 20 g/l.

Pesar en balanza analítica 20 g de aluminio en forma de viruta o rebaba, exento de cobre (pureza 99,99%) y colocarlo en un vaso de precipitados de 1 000 ml. Agregar, en pequeñas porciones, 600 ml de la solución de ácido clorhídrico (véase 4.1) y si es necesario una gota de mercurio metálico para facilitar el ataque.

Si es necesario, calentar moderadamente para facilitar la disolución, en seguida agregar algunas gotas de a solución de peróxido de hidrógeno (véase 4.2) y hervir por algunos minutos para remover el exceso de peróxido de hidrógeno. Dejar enfriar y transferir la solución obtenida cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 000 ml, aforar con agua destilada y mezclar.

50 ml de esta solución contienen 1 g de aluminio y 30 ml de solución de ácido clorhídrico (véase 4.1).

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

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

4.7 Cobre, solución patrón con 0,1 g/l.

Pesar en balanza analítica, 1 g de cobre electrolítico (pureza $\geq 99,95\%$) transferido a un vaso de precipitados de 250 ml. Adicionar 5 ml de agua y 5 ml de solución de ácido nítrico (véase 4.5). Calentar moderadamente hasta disolución completa y que comience la cristalización. Completar con agua y, si es necesario, calentar para completar la disolución en sales. Enfriar y transferir la solución obtenida cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 000 ml, aforar con agua destilada y mezclar.

1 ml de esta solución patrón contiene 0,1 mg de Cu.

4.8 Cobre, solución patrón con 0,01 g/l.

Transferir 10,0 ml de solución patrón de cobre (véase 4.7) a un matraz volumétrico de 100 ml, aforar con agua destilada y mezclar.

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

5 APARATOS Y EQUIPO

Material común de laboratorio que incluya:

5.1 Bureta graduada en 0,05 ml.

5.2 Espectrofotómetro de absorción atómica, provisto de un quemador para aire comprimido/acetileno o quemador para óxido-nitroso/acetileno.

5.3 Lámpara de cobre de cátodo hueco.

6 MUESTREO

6.1 Muestra de ensayo

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

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Cantidad de muestra

Pesar en balanza analítica, 1 g de la muestra de ensayo (ver 6.1).

7.2 Preparación de las curvas de calibración.

7.2.1 Preparación de las soluciones patrón.

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

En una serie de siete matraces volumétricos de 100 ml, introducir con la ayuda de una bureta (véase 5.1), los volúmenes de las soluciones patrón de cobre (véase 4.7 y 4.8) indicadas en la tabla 1.

Adicionar a cada matraz 50 ml de solución de aluminio (véase 4.6). Aforar con agua y mezclar.

TABLA 1.- Volúmenes de la solución patrón de Cobre, para contenidos de Cobre entre 0,005 % y 0,05 %

Solución patrón de Cobre (véase 4.8)	Masa correspondiente de Cobre	Masa de Aluminio presente	Cobre en la muestra
ml	mg	g	%
0(*)	0	1	0
5	0,05	1	0,005
10	0,10	1	0,010
20	0,20	1	0,020

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

TABLA 1.- Continua

Solución patrón de Cobre (véase 4.7)	Masa correspondiente de Cobre	Masa de Aluminio presente	Cobre en la muestra
ml	mg	g	%
3	0,30	1	0,03
4	0,40	1	0,04
5	0,50	1	0,05

NOTA 1.- Si es necesario, amplificar adecuadamente la señal del espectrofotómetro.

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

En una serie de 7 matraces volumétricos de 100 ml, introducir con la ayuda de una bureta (véase 5.1), los volúmenes de las soluciones patrón de cobre (véase 4.7 y 4.8) indicadas en la tabla 2.

Adicionar a cada matraz 5 ml de la solución de aluminio (véase 4.6). Aforar con agua y mezclar.

TABLA 2.- Volúmenes de la solución patrón de cobre, para contenidos de Cobre entre 0,05 % y 0.5 %

Solución patrón de Cobre (ver 4.8)	Masa correspondiente de Cobre	Masa de Aluminio presente	Cobre en la muestra
ml	mg	g	%
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

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

Solución patrón de Cobre (ver 4.7)	Masa correspondiente de Cobre	Masa de Aluminio presente	Cobre en la muestra
ml	mg	g	%
3	0,30	0,1	0,3
4	0,40	0,1	0,4
5	0,50	0,1	0,5

NOTA 2.- Si es necesario, amplificar adecuadamente la señal de espectrofotómetro.

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

En una serie de 7 matraces volumétricos de 100 ml, introducir con la ayuda de una bureta (véase 5.1), los volúmenes de las soluciones patrón indicados en la tabla 3.

Adicionar a cada matraz 2 ml de solución de aluminio (véase 4.6). Aforar con agua y mezclar.

TABLA 3.- Volúmenes de a solución patrón de Cobre, para contenidos de Cobre entre 0,5 % y 5,0 %

Solución patrón de Cobre (ver 4.7)	Masa correspondiente de Cobre	Masa de Aluminio presente	Cobre en la muestra
ml	mg	g	%
0*	0	0,04	0
2	0,2	0,04	0,50
4	0,4	0,04	1,00
7	0,7	0,04	1,75
10	1,0	0,04	2,50
15	1,5	0,04	3,75
20	2,0	0,04	5,00

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

NOTA 3.- Si es necesario, amplificar apropiadamente la señal del espectrofotómetro.

7.2.2 Mediciones espectrofotométricas y gráfica de la curva de calibración

Atomizar las soluciones patrón en la flama y medir la intensidad de las radiaciones no absorbidas a una longitud de onda de 324,7 nm. Posteriormente graficar la curvas de calibración.

7.3 Determinación

7.3.1 Colocar la porción de ensayo (véase 7.1) en un vaso de precipitados de 250 ml. Adicionar +/- 35 ml de agua, luego en pequeñas cantidades 30 ml de solución de ácido clorhídrico (véase 4.1). Si es necesario, calentar moderadamente para completar la disolución. Adicionar unas gotas de la disolución de peróxido de hidrógeno (véase 4.2) y durante aproximadamente 10 min hervir para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno. Filtrar si es necesario.

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

Transferir cuantitativamente la solución (véase 7.3.1) a un matraz volumétrico de 100 ml, aforar con agua y mezclar. Utilizar la curva de calibración (véase 7.2.1.1).

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

Transferir cuantitativamente la solución (véase 7.3.1) a un matraz volumétrico de 1000 ml, aforar con agua y mezclar. Utilizar la curva de calibración (véase 7.2.1.2)

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

Transferir cuantitativamente la solución (véase 7.3.1) a un matraz volumétrico de 500 ml, aforar con agua y mezclar. Adicionar 100 ml de esta solución a un matraz volumétrico de 500 ml, aforar y mezclar. Utilizar la curva de calibración (véase 7.2.1.3).

7.3.2 En presencia de contenidos de silicio mayores a 1% proceder de la siguiente manera:

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 agregar 2 ml de solución de ácido sulfúrico (véase 4.3), 5 ml de solución de ácido fluorhídrico (véase 4.4) y, gota a gota, un poco de ácido nítrico (véase 4.5) 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 (véase 4.1), filtrar si es necesario y agregar cuantitativamente el filtrado al filtrado previo.

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 testigo (blanco).

Calcular el contenido de Cobre (Cu), como un porcentaje masa, con la siguiente ecuación:

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

donde:

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

9 INFORME DE LA PRUEBA

El informe del ensayo debe contener al menos las siguientes indicaciones:

- a) la referencia del método usado;
- b) los resultados y el método de expresión usado;
- c) cualquier detalle particular notado durante el ensayo, y
- d) cualquier operación no incluida en esta norma o de carácter opcional.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Este proyecto de Norma Mexicana coincide totalmente¹⁾ con la Norma Internacional ISO 3980: 1977 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of copper - Atomic absorption spectrophotometric method*, (febrero de 1977).

¹⁾ Esta norma es equivalente (IDT) con la Norma Internacional ISO 3980: 1977 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of copper - Atomic absorption spectrophotometric method*, (febrero de 1977).

11 BIBLIOGRAFÍA

- NMX-Z-013-SCFI-2015 *Guía para la estructuración y redacción de normas*, Declaratoria de Vigencia 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.
- NMX-W-114-SCFI-2003 *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 17 de septiembre de 2003.
- ISO 3980: 1977 *Aluminium and aluminium alloys - Determination of copper - Atomic absorption spectrophotometric method*, (febrero de 1977).