

## SECRETARÍA DE ECONOMÍA

### **NORMA Oficial Mexicana NOM-033/1-SE-2020, Artículos de oro, plata, platino y paladio-Parte 1-Información comercial y métodos de análisis (cancela a la NOM-033-SCFI-1994).**

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- ECONOMÍA.- Secretaría de Economía.- Dirección General de Normas.

NORMA OFICIAL MEXICANA, NOM-033/1-SE-2020, ARTÍCULOS DE ORO, PLATA, PLATINO Y PALADIO-PARTE 1-INFORMACIÓN COMERCIAL Y MÉTODOS DE ANÁLISIS (CANCELA A LA NOM-033-SCFI-1994).

ALFONSO GUATI ROJO SÁNCHEZ, Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de la Secretaría de Economía (CCONNSE), con fundamento en los artículos 34 fracciones II, XIII y XXXIII de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 4 de la Ley Federal de Procedimiento Administrativo; 3, fracción XI, 38 fracciones II y IX, 39 fracciones V y XII, 40 fracciones I y XVIII, 41, 47 fracción IV y 75 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 28, 34 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; Tercero y Cuarto Transitorios del Decreto por el que se expide la Ley de Infraestructura de la Calidad y se abroga la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 19 fracción I, III y VIII de la Ley Federal de Protección al Consumidor; y 36 fracciones I, II, IX y X del Reglamento Interior de esta Secretaría, y

### CONSIDERANDO

Que es facultad de la Secretaría de Economía procurar las medidas que sean necesarias para garantizar que los productos que se comercialicen en territorio nacional contengan los requisitos necesarios con el fin de garantizar los aspectos de información comercial para lograr una efectiva protección del consumidor.

Que con fecha 12 de septiembre de 2019, el CCONNSE, aprobó la publicación del Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-033/1-SCFI-2019, ARTÍCULOS DE ORO, PLATA, PLATINO Y PALADIO-PARTE 1-INFORMACIÓN COMERCIAL Y MÉTODOS DE ANÁLISIS (CANCELARÁ A LA NOM-033-SCFI-1994), la cual se realizó en el Diario Oficial de la Federación el 11 de septiembre de 2020, con objeto de que los interesados presentaran sus comentarios.

Que durante el plazo de 60 días naturales contados a partir de la fecha de publicación de dicho Proyecto de Norma Oficial Mexicana, el Análisis de Impacto Regulatorio a que se refiere el artículo 45 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, estuvo a disposición del público en general para su consulta; y que dentro del mismo plazo, los interesados presentaron comentarios sobre el contenido del citado Proyecto de Norma Oficial Mexicana, mismos que fueron analizados por un grupo de trabajo aprobado e instalado por el CCONNSE, realizándose las modificaciones conducentes al Proyecto de Norma Oficial Mexicana.

Que, con fecha del 18 de diciembre de 2020, el Comité Consultivo Nacional de Normalización de la Secretaría de Economía (CCONNSE), aprobó la Norma Oficial Mexicana NOM-033/1-SE-2020, ARTÍCULOS DE ORO, PLATA, PLATINO Y PALADIO-PARTE 1-INFORMACIÓN COMERCIAL Y MÉTODOS DE ANÁLISIS (CANCELA A LA NOM-033-SCFI-1994).

Que el Análisis de Impacto Regulatorio a que hace referencia el Capítulo III, del Título Tercero de la Ley General de Mejora Regulatoria, fue sometido a la consideración de la Comisión Nacional de Mejora Regulatoria, emitiéndose el Dictamen Final por parte de dicha Comisión el 23 de octubre de 2020, a través del oficio No. CONAMER/20/4161.

Que la Ley Federal sobre Metrología y Normalización establece que las Normas Oficiales Mexicanas se constituyen como el instrumento idóneo para la protección de los intereses del consumidor y determinar la información comercial que deben cumplir las etiquetas de los productos, por consiguiente, se expide la siguiente:

**NOM-033/1-SE-2020, ARTÍCULOS DE ORO, PLATA, PLATINO Y PALADIO-PARTE 1-INFORMACIÓN  
COMERCIAL Y MÉTODOS DE ANÁLISIS (CANCELA A LA NOM-033-SCFI-1994). SINEC-  
20210216152253944**

Ciudad de México, a 1 de diciembre de 2021.- Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de la Secretaría de Economía, Lic. **Alfonso Guati Rojo Sánchez**.- Rúbrica.

**NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-033/1-SE-2020 ARTÍCULOS DE ORO, PLATA, PLATINO Y  
PALADIO-PARTE 1-INFORMACIÓN COMERCIAL Y MÉTODOS DE ANÁLISIS (CANCELA A LA NOM-  
033-SCFI-1994)**

**PREFACIO**

En la décima segunda sesión extraordinaria de 2020 celebrada el 18 de diciembre de 2020, el Comité Consultivo Nacional de Normalización de la Secretaría de Economía (CCONNSE), aprobó la Norma Oficial Mexicana NOM-033/1-SE-2020, ARTÍCULOS DE ORO, PLATA, PLATINO Y PALADIO-PARTE 1-INFORMACIÓN COMERCIAL Y MÉTODOS DE ANÁLISIS (CANCELA A LA NOM-033-SCFI-1994).

En la elaboración de la presente Norma Oficial Mexicana participaron de manera voluntaria las siguientes personas morales e instituciones:

- Secretaría de Economía:
  - o Dirección General de Normas
- Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM)
  - o Instituto de Geología
- Centro Nacional de Metrología (CENAM)
- Cámara Regional de la Industria de Joyería y Platería del Estado de Jalisco (CRIJPEJ)
- Consejo de Cámaras Industriales de Jalisco (CCIJ)
- Confederación de Cámaras Industriales de los Estados Unidos Mexicanos (CONCAMIN)
- Procuraduría Federal del Consumidor (PROFECO)
- Instituto Gemológico y de Alta Relojería de México, A. C.
- Asociación de Normalización y Certificación, A. C.
- Sabelli, S. A. de C.V.
- Joyería Altima
- Fátima Castelán, Profesional de la Industria Joyera
- María de Lourdes Cázares Ruíz, Profesional de la Industria Joyera

**ÍNDICE DEL CONTENIDO**

1. Objetivo y campo de aplicación
2. Referencias normativas
3. Términos y definiciones
4. Clasificación
5. Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio
6. Del contraste o registro

7. De la transparencia al consumidor
8. Procedimiento de Evaluación de la Conformidad
9. Verificación y vigilancia
10. Concordancia con normas internacionales

**Apéndice A** (Normativo) Informe de resultados

**Apéndice B** (Informativo) Agrupación de productos como una familia de productos

**Apéndice C** (Normativo) Determinación de oro en joyería: Método de copelación

**Apéndice D** (Normativo) Determinación de plata en joyería de plata: Método volumétrico- potenciométrico, usando cloruro de sodio, cloruro de potasio o bromuro de potasio.

**Apéndice E** (Normativo) Determinación de paladio en joyería: Método gravimétrico usando dimetilglioxima.

**Apéndice F** (Normativo) Determinación de platino en joyería: Método gravimétrico después de la precipitación de hexacloroplatinato de diamonio.

**Apéndice G** (Normativo) Determinación del espesor y composición química de recubrimientos en artículos de joyería mediante microscopía electrónica de barrido

**Apéndice H** (Normativo) Determinación de espesores y composición química de recubrimientos por fluorescencia de Rayos X en piezas de joyería.

**Apéndice I** (Normativo) Determinación de paladio y platino en joyería de aleaciones de paladio y aleaciones de platino. Método de ICP-OES usando un elemento como material de referencia interno.

**Apéndice J** (Normativo) Determinación de fineza por fluorescencia de Rayos X en piezas de joyería

## 11. Bibliografía

### ARTÍCULOS TRANSITORIOS

#### 1. Objetivo y campo de aplicación

La presente Norma Oficial Mexicana establece las especificaciones, métodos de prueba y la información comercial de los artículos que estén compuestos o recubiertos en parte o en su totalidad por oro, plata, platino y paladio, que se importen y/o produzcan para su comercialización en territorio nacional.

Quedan fuera del campo de aplicación de esta Norma Oficial Mexicana, los relojes, plumas, encendedores, lentes y los herrajes, componentes, partes y aditamentos para joyería.

Asimismo, aquellos productos, que aun sin ajustarse a la descripción o denominaciones contenidas en esta Norma Oficial Mexicana, hagan alusión, ya sea tanto en su información ostentada al público consumidor como en la publicidad relativa a los mismos, que sea difundida por cualquier medio o forma o bien a través de textos, diálogos, sonidos, imágenes, marcas u otras descripciones que induzcan o puedan inducir a los consumidores a pensar que dichos productos se tratan de artículos que estén elaborados con oro, plata, paladio y platino, sin importar la denominación que pretendan ostentar para dichos productos, también se encontrarán sujetos a la presente Norma Oficial Mexicana y, en consecuencia, serán evaluados conforme a la misma, siendo susceptibles de ser dictaminados como violaciones a las disposiciones aquí contenidas, en aquellos casos en los que no se ajusten a los parámetros, características, controles, procesos y requisitos previstos en esta regulación técnica de observancia obligatoria.

#### 2. Referencias normativas

Para la correcta aplicación de esta Norma Oficial Mexicana deben consultarse los siguientes documentos vigentes o los que los sustituyan:

- NMX-EC-17020-IMNC-2014, *Evaluación de la conformidad-Requisitos para el funcionamiento de diferentes tipos de unidades (Organismos) que realizan la verificación (inspección) (Cancela a la NMX-EC-17020-IMNC-2000), publicada su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación el 6 de junio de 2014.*

- NMX-EC-17025-IMNC-2018, *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración (Cancelará a la NMX-EC-17025-IMNC-2006)*, publicada su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación el 9 de agosto de 2018.
- ISO 14595:2014 *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for the specification of certified reference materials (CRMs)*

### **3. Términos y definiciones**

Para los propósitos de esta Norma Oficial Mexicana, los siguientes términos y definiciones son aplicables:

#### **3.1 joyería**

artículo ornamental de uso personal, fabricado con base de oro, plata, platino y paladio, en su estado puro o en aleación con otros metales con o sin combinación de diamantes y/o piedras preciosas.

#### **3.2 bisutería**

artículo ornamental de uso personal fabricado a partir de metales base (ejemplo: latón y cobre) con o sin recubrimientos de metales preciosos.

#### **3.3 joyería de oro**

artículo que total o parcialmente está compuesto de oro.

#### **3.4 joyería de plata**

artículo que total o parcialmente está compuesto de plata.

#### **3.5 joyería de platino**

artículo que total o parcialmente está compuesto de platino.

#### **3.6 joyería de paladio**

artículo que total o parcialmente está compuesto de paladio.

#### **3.7 joyería con soldadura**

artículo al que se ha aplicado exclusivamente soldadura en polvo para fijar sus partes o superficies.

#### **3.8 joyería hueca**

artículo que utiliza un alma de acero u otros metales comunes en su construcción para proporcionar un soporte mecánico para su fabricación. Esta alma puede retirarse mecánicamente o por ataque químico posterior, de tal manera que el producto queda hueco en su interior.

#### **3.9 metales preciosos**

oro, plata, platino y paladio en su estado libre en la naturaleza.

#### **3.10 chapa o bimetal**

productos recubiertos con metales preciosos que cumplen con las especificaciones de la Tabla 3.

#### **3.11 recubrimiento de metales preciosos**

deposición de metales preciosos en una superficie a través de un proceso químico, eléctrico, mecánico o metalúrgico o por una combinación de cualquiera de las anteriores.

#### **3.12 artículos de metales preciosos**

artículos de joyería, orfebrería, vajillas o cubiertos (lista no exhaustiva) compuestos total o parcialmente por metales preciosos o sus aleaciones.

#### **3.13 orfebrería**

objetos que se destinan al uso o al ornato, exceptuando los de tipo personal.

#### **3.14 vajillas**

objetos y recipientes que fungen de bases para recibir alimentos.

**3.15 cubiertos**

tenedores, cuchillos y cucharas (lista no exhaustiva).

**3.16 ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio**

es la relación entre el peso de oro, plata, platino o paladio puro y el peso total de la aleación expresada en Kilates o milésimas (partes por millar, ‰), cuando se trate de oro, y exclusivamente en milésimas cuando se trate de plata, platino y paladio.

**3.17 Kilate**

es la vigésima cuarta parte en peso, que contiene de oro puro cualquier aleación de este metal y se identifica con la letra mayúscula K.

**3.18 responsable del producto**

persona física o moral que importe, comercialice o produzca un artículo regulado por esta Norma Oficial Mexicana o que haya ordenado su elaboración total o parcial a un tercero.

**3.19 contraste o Registro de Calidad**

marca aplicada en los artículos de metales preciosos designada para indicar la calidad, cantidad, pureza, peso, espesor, proporción o tipo de metal precioso contenido en él.

**3.20 contraste o Registro de marca**

es el logotipo, marca, símbolo, letra, signo, estampa o cualquier distintivo que identifique al responsable de producto.

**3.21 contraste o Registro País**

es el símbolo distintivo del país designado por las autoridades competentes para todos aquellos artículos, objeto de esta Norma Oficial Mexicana.

**3.22 espécimen de prueba**

porción de una pieza o de un lote en la que se ha de determinar la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio.

**3.23 métodos de prueba**

todo aquel método que se utilice para verificar el contenido de metales preciosos en los artículos, así como para determinar el espesor en artículos de joyería recubiertos.

**3.24 metales base**

todo aquel metal no ferroso diferente a los metales preciosos.

**3.25 espesor de saturación**

espesor que, si es excedido, no produce ningún cambio detectable en la intensidad fluorescente.

**3.26 intensidad normalizada,  $x_n$** 

es la relación entre las diferencias de intensidad obtenida de un espécimen recubierto,  $x$ , y la del material del sustrato sin recubrimiento,  $x_0$ , respecto a la diferencia obtenida de la intensidad del material de espesor igual o mayor que el espesor de saturación,  $x_s$ , y el material del sustrato sin recubrir,  $x_0$ . Esta relación matemática se puede expresar de la siguiente manera:

$$x_n = \frac{x - x_0}{x_s - x_0}$$

Donde  $x$  es la intensidad obtenida del espécimen recubierto.  $x_0$  es la intensidad obtenida del material del sustrato sin recubrir.  $x_s$  es la intensidad obtenida del material de recubrimiento de espesor igual o mayor que el espesor de saturación.

El valor de  $x_n$  es válido entre 0 y 1.

**3.27 tasa de conteo**

número de impulsos de radiación registrado por el instrumento por unidad de tiempo.

### 3.28 intensidad de la radiación fluorescente

como la intensidad de radiación,  $x$ , medida por el instrumento, y expresada en cuentas (impulsos de radiación por segundo).

### 4. Clasificación

Los artículos de oro, plata, platino o paladio o recubiertos de metales preciosos con o sin combinaciones de piedras preciosas se clasifican en:

- a) Joyería
- b) Orfebrería
- c) Vajillas
- d) Cubiertos

### 5. Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio

#### 5.1. De la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio, mínima

Sólo podrán anunciarse como artículos de metales preciosos los que contengan como mínimo la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio siguiente como se muestra en la tabla 1:

**Tabla 1 – Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio, mínima**

Oro	10 K (416.66 Milésimas)
Plata	925 Milésimas
Platino	900 Milésimas
Paladio	350 Milésimas

#### 5.2. Tolerancias

La tolerancia aceptada para cumplir con la pureza de artículos de joyería en oro, platino y paladio es de -3 milésimas (equivalente a 0.072 K) y -10 milésimas para joyería en plata.

En el caso de joyería en oro, que sea tejido a máquina y que se aplique soldadura, se admite una tolerancia de - 5 milésimas (equivalente a 0.120 K)

En la Tabla 2, se resumen las tolerancias aceptadas para cumplir con la pureza de los artículos de joyería en oro, platino, paladio, plata, así como aquella que aplique soldadura en polvo y joyería hueca en su proceso de fabricación.

**Tabla 2 – Tolerancias de Joyería**

Joyería en plata	Joyería en oro, platino y paladio	Joyería a la que se aplique soldadura en polvo	Joyería hueca que utilice alma de acero en su construcción con ataque químico posterior
- 10 milésimas	-3 milésimas (0.072 K)	-5 milésimas (0.120 K)	-6 milésimas (0.144 K)
- 10 milésimas	-2 milésimas (0.048 K)	-4 milésimas (0.096 K)	-6 milésimas (0.144 K)
La tolerancia negativa deberá ser 0	La tolerancia negativa deberá ser 0	-3 milésimas (0.072 K)	-5 milésimas (0.120 K)

**Nota 1:** cuando en el artículo de joyería se utilice un metal como soldadura, este metal corresponde a un metal precioso de la misma pureza que el artículo.

**Nota 2:** es posible hacer la soldadura o unión con láser u otros mecanismos de fijación que no disminuyan la fineza del metal precioso del artículo de joyería.

**Nota 3:** cuando se quinta un artículo de joyería, solamente se considera para el cálculo de la cantidad del metal precioso, la parte del artículo que contenga dicho metal precioso y el resto de los componentes contenidos, no son considerados como joyería. Por lo anterior, no se considera el peso total del artículo de joyería con componentes en su comercialización como si fuera todo ese peso de metal precioso.

**Nota 4:** Las piezas de metal común están permitidas como función mecánica para las cuales los metales preciosos no son adecuados ni por su resistencia ni por su durabilidad; sin embargo este metal común no es tratado para dar la apariencia de un metal precioso y no se considera para el cálculo de metal precioso; por ejemplo: alambres de acero utilizados para el montaje de collares, imanes para cierres, retenedores de seguridad para tachuelas, botones de insignia, broches, hilos, resortes, entre otros. Por lo anterior, no se considera el peso total del artículo de joyería con componentes de metales comunes en su comercialización como si fuera todo ese peso de metal precioso.

### 5.2.1 Platino y paladio

La Tolerancia aceptada para cumplir con la pureza que ostentan los registros de artículos de platino y paladio, objeto de esta Norma Oficial Mexicana es de -3 milésimas.

### 5.2.2 Oro

La Tolerancia aceptada para cumplir con la pureza que ostentan los registros de artículos de oro, objeto de esta Norma Oficial Mexicana es de -3 milésimas que es equivalente a 0,072 K. Como ejemplo, lo anterior quiere decir para piezas de oro:

10K	como mínimo	9,928 K
12K	como mínimo	11,928 K
14K	como mínimo	13,928 K
18K	como mínimo	17,928 K
22 K	como mínimo	21,928 K

### 5.2.3 Plata

La Tolerancia aceptada para cumplir con la pureza que ostentan los registros de artículos de plata, objeto de esta Norma Oficial Mexicana es de -10 milésimas.

## 5.3 De las especificaciones para artículos recubiertos de metales preciosos

Para los artículos recubiertos de metales preciosos objeto de la presente Norma Oficial Mexicana debe cumplirse las especificaciones de la Tabla 3.

**Tabla 3.– Términos, procesos de manufactura y requisitos para recubrimientos**

TIPO DE RECUBRIMIENTO DE METAL	TIPO DE PRODUCTO	PROCESAMIENTO	REGISTRO DE CALIDAD	ESPECIFICACIÓN		MÉTODO DE ANÁLISIS
				PUREZA MÍNIMA DEL RECUBRIMIENTO	ESPESOR MÍNIMO DEL RECUBRIMIENTO	
ORO (Au)	Oro bimetal	Mecánico	En producto, precinto o etiqueta: BM + pureza + espesor País de origen y registro de fabricante	10 kilates o 417/1000	2 µm	Espectrometría de rayos X (FRX) <sup>(1)</sup> MBE- EDEX <sup>(1,2)</sup>
	Chapa de oro	Cualquier otro	En producto, precinto o etiqueta: CH + pureza + espesor País de origen y registro de	14 kilates o 585/1000	0.5 µm	Espectrometría de rayos X (FRX) <sup>(1)</sup> MBE- EDEX <sup>(1,2)</sup>

TIPO DE RECUBRIMIENTO DE METAL	TIPO DE PRODUCTO	PROCESAMIENTO	REGISTRO DE CALIDAD	ESPECIFICACIÓN		MÉTODO DE ANÁLISIS
				PUREZA MÍNIMA DEL RECUBRIMIENTO	ESPESOR MÍNIMO DEL RECUBRIMIENTO	
			fabricante			
PLATA (Ag)	Plata bimetal	Laminado o adherido o mecánico	En producto, precinto o etiqueta: PB + pureza + espesor País de origen y registro de fabricante	925/1000	5 µm	Espectrometría de rayos X (FRX) <sup>(1)</sup> MBE- EDEX <sup>(1,2)</sup>
	Plateado electrolítico	Cualquier otro	En producto, precinto o etiqueta: CH + pureza + espesor País de origen y registro de fabricante	999/1000	0.5 µm	Espectrometría de rayos X (FRX) <sup>(1,2)</sup> MBE- EDEX <sup>(1,2)</sup>
PLATINO (Pt)	N/A	Electrolítico	En producto, precinto o etiqueta: CH + Pt + espesor País de origen y registro de fabricante	999/1000	0.1 µm	Espectrometría de rayos X (FRX) <sup>(1,2)</sup> MBE- EDEX <sup>(1,2)</sup>
RODIO (Rh)	N/A	Electrolítico	En producto, precinto o etiqueta: CH + Rh + espesor País de origen y registro de fabricante	999/1000	0.1 µm	Espectrometría de rayos X (FRX) <sup>(1,2)</sup> MBE- EDEX <sup>(1,2)</sup>

**Los productos que no cumplan con las especificaciones descritas en la tabla anterior, deben ser considerados y tratados como BISUTERÍA o FANTASÍA.**

No se permite marcar o estampar artículos que sólo son dorados.

En los productos recubiertos, el marcado puede ser en producto si el espacio lo permite; de lo contrario en precinto o etiqueta.

No se utiliza el paladio para recubrimiento.

Para México el país de origen denotar como "MX".

**BM:** Son las siglas que designan que se trata de un producto recubierto con oro que se denomina oro bimetal u oro que se manufactura por proceso mecánico.

**PB:** Son las siglas que designan que se trata de un producto recubierto con plata que se denomina plata bimetal o plata que se manufactura por proceso mecánico.

**CH:** Son las siglas que designan que se trata de un producto recubierto con metal precioso (oro, plata, platino o paladio), que se denomina chapa de oro o plateado electrolítico o chapa; que se manufactura por otro proceso diferente al mecánico; por ejemplo, electrolítico.

**Pt:** son las siglas que indican que se trata de platino.

**Rh:** son las siglas que indican que se trata de rodio.

(1) Los métodos de análisis empleados para la caracterización de piezas recubiertas deben ajustarse a lo establecido en la Tabla 4 para piezas recubiertas. Para el caso de la determinación dimensional del espesor, el método considerado como definitivo (para resolver alguna controversia) es la microscopía electrónica de barrido, por tratarse de una medición directa.



(2) MBE- EDEX Microscopia de barrido con electrones con microanálisis por espectrometría de discriminación de energía de rayos X (EDEX).
------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

La declaración del espesor del recubrimiento del metal precioso puede ser expresada como un numeral completo seguido de inmediato de la palabra "micrómetros " o el símbolo "µm".

## **6. Del contraste o registro**

Los artículos objeto de esta Norma Oficial Mexicana que se comercialicen en territorio nacional, deben presentar de manera obligatoria, clara e indeleble, de forma grabada o estampada, cuando el espacio lo permita, los siguientes registros:

- Registro de Calidad
- Registro de Marca
- Registro del País

### **6.1 Registro de Calidad**

La joyería debe presentar la cantidad numérica del metal precioso de acuerdo a la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio, mínima. La naturaleza del metal mediante los símbolos siguientes:

"K" para oro, cuando se exprese la Ley de los metales preciosos en Kilates, o solamente la expresión en milésimas. Para el caso de los artículos de oro cuya Ley de los metales preciosos se exprese solamente en milésimas marcada en el producto, debe indicarse en un cintillo adherido al producto, la naturaleza del metal;

"Ag" para el caso de la plata, o la expresión "925" o "Sterling" para esa Ley de los metales preciosos;

"Pt" para platino, y

"Pd" para paladio.

La información anterior debe presentarse grabada, estampada o quintada en el cuerpo de los propios productos.

Los productos recubiertos con metales preciosos deben presentar el Registro de calidad como se indica en la Tabla 3; en caso de que el espacio no lo permita; para estos productos el registro de calidad puede colocarse en cintillos o etiquetas.

### **6.2 Registro de Marca**

El Registro de Marca debe colocarse próximo al Registro de Calidad y Registro País siempre que sea posible.

Éste puede ser de dos tipos: a) Número de registro de contraste o logotipo o signo propio del importador o productor nacional y b) Marca o logotipo del productor extranjero.

#### **6.2.1 Número de registro de contraste o logotipo o signo propio del importador o productor nacional**

Los datos deben incorporarse a los productos previamente a su comercialización si el espacio lo permite; en caso contrario se registra en cintillo o etiqueta.

Los productores y/o importadores deben registrar en la Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía, el logotipo o signo propio que utilicen para distinguir los productos que manufacturen o importen.

La Dirección General de Normas les asigna un número para efectos de identificación y control, el cual es intransferible.

La Dirección General de Normas negará el registro de figuras, signos o logotipos distintivos cuando éstos sean iguales o se presten a confusión con otros ya registrados.

El número de registro de contraste o logotipo o signo propio que utilicen los productores o importadores tendrá vigencia de dos años, susceptible de refrendo.

#### **6.2.2 Marca o logotipo del productor extranjero**

Es obligatorio grabar la identificación o registro del fabricante en el producto, siempre y cuando el espacio lo permita conforme se establece en el inciso 8.1.1; en caso contrario deberá incluirse en un cintillo o etiqueta adherido al producto.

El grabado de cualquier otro logotipo o signo registrado de cada fabricante extranjero en el producto es opcional.

### **6.3 Registro País**

El país de origen debe incluirse en el cuerpo del producto si el espacio lo permite; en caso contrario, puede registrarse en cintillo o en etiqueta.

Pueden usarse siglas para identificar al país de origen mientras no causen confusión; por ejemplo "MX", "USA".

Preferentemente usar el código de país conforme a la ISO 3166-1:2020 Codes for the representation of names of countries and their subdivisions — Part 1: Country codes.

## **7. De la transparencia al consumidor**

Los importadores, productores, fabricantes, comercializadores o prestadores de servicios deben satisfacer los requisitos de la información comercial establecidos en la presente Norma Oficial Mexicana.

Los importadores, productores, fabricantes, comercializadores o prestadores de servicios de joyería o artículos de oro están obligados a proporcionar al consumidor, mediante aviso visible y permanente en sus establecimientos, la equivalencia de Kilates a milésimas.

## **8. Procedimiento de Evaluación de la Conformidad**

La evaluación de la conformidad de los productos, objeto de la presente Norma Oficial Mexicana, debe llevarse a cabo por personas acreditadas y aprobadas en términos de lo dispuesto por la Ley Federal sobre Metrología y Normalización (LFMN) o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según les aplique y su Reglamento, de acuerdo con lo que a continuación se describe.

### **8.1. Disposiciones Generales**

**8.1.1** El marcado del producto y/o su información comercial deben ser legibles a simple vista. Para efectos de este procedimiento de evaluación se entiende por lectura legible a simple vista, aquella efectuada bajo condiciones normales de iluminación y que la información marcada o impresa sea cuando menos de 1.5 mm de altura.

Si la dimensión y/o la geometría del producto permite la legibilidad prevista en el párrafo anterior, el marcado de la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio deberá incorporarse directamente en el cuerpo de los productos que se ofrezcan al consumidor como piezas de oro, plata, paladio y platino. Si no se permite, puede ser sustituido en el cintillo o etiqueta.

El resto de la información comercial puede ser identificada en cintillos o etiquetas.

**8.1.2** Los productos objeto de esta Norma Oficial Mexicana deben ostentar la leyenda que identifique el país de origen de los mismos, por ejemplo: "Producto de...", "Manufacturado en...", "Hecho en...", "Producido en..." u otros análogos, sin excluir las abreviaturas comúnmente aceptadas que identifiquen el país de origen, por ejemplo: "MEX" o "MX", "EUA" o "EE.UU." u otras análogas, así como la posibilidad de emplear las abreviaturas establecidas en la norma ISO 3166-1:2020.

**8.1.3** Es responsabilidad de los fabricantes, importadores, comercializadores, distribuidores, según corresponda, de los productos objeto de esta Norma Oficial Mexicana, respaldar en todo momento la veracidad de la información ofrecida a los consumidores respecto de dichos productos.

**8.1.4** Los fabricantes, importadores, comercializadores, distribuidores, según corresponda, de los productos objeto de esta Norma Oficial Mexicana, podrán recurrir a los servicios de unidades de verificación o inspección, según corresponda, acreditadas y aprobadas, en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según les aplique, para obtener constancia y/o dictamen de cumplimiento en los que se demuestre que se cumple con los requisitos establecidos en la presente Norma Oficial Mexicana. Dichos documentos tendrán validez ante las autoridades competentes. Las mencionadas unidades de inspección o verificación deberán conducir sus actuaciones conforme a la NMX-EC-17020-IMNC-2014 (ver referencias normativas).

**8.1.5** Cuando se requieran mediciones o pruebas de laboratorio correspondientes a la inspección para comprobar el cumplimiento de las disposiciones de esta Norma Oficial Mexicana; se utilizarán únicamente laboratorios acreditados y aprobados, en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según les aplique, salvo que éstos no existan para la medición o prueba específica.

En caso de no existir, la prueba se podrá realizar en otros laboratorios acreditados en otras normas o métodos de prueba de naturaleza análoga, que sirvan para los fines de esta Norma Oficial Mexicana.

## 8.2 Muestreo

**8.2.1** Las unidades de verificación o inspección, según corresponda, acreditadas y aprobadas, en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según les aplique, serán responsables del muestreo en punto de venta o fabricación según corresponda y el tamaño de la muestra se determinará conforme a lo dispuesto en la Tabla 4; lo anterior tomando como base el universo de existencias de los productos que están en el punto de inspección.

**Tabla 4. Tamaño de Ítem exhibidos/presentados**

Tamaño de Ítems exhibidos/presentados	Muestreo	CRITERIO DE	
		Aceptación incumplimientos	Rechazo incumplimientos
2 a 8	2	0	1
9 a 15	2	0	1
16 a 25	2	0	1
26 a 50	2	0	1
51 a 90	3	0	1
91 a 150	3	0	1
151 a 280	3	0	1
281 a 500	3	0	1
501 a 1200	5	0	1
1201 a 3200	5	0	1
3201 a 10000	5	0	1
10001 a 35000	5	0	1
35001 a 150000	8	0	1
150001 a 500000	8	0	1
500001 y más	8	0	1

Basado en la NMX-Z-12 parte 2 -1987. Muestreo especial S1, normal

**8.2.2** El universo de la muestra se determina en forma separada por cada uno de los metales preciosos que deben cumplir con la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio o de los productos recubiertos con estos metales (oro, plata, paladio, platino) que son objeto de esta Norma Oficial Mexicana.

## 8.3. Métodos de Prueba

En la Tabla 5 se especifican los métodos de prueba y los apéndices correspondientes, aplicables en la caracterización de piezas de joyería y de productos recubiertos con metales preciosos.

Dependiendo del tipo de elemento a analizar, pueden aplicarse cualquiera de los métodos descritos, considerando las repetibilidades y/o incertidumbres indicadas.

**Tabla 5. Métodos de prueba para la determinación de metales preciosos en aleaciones de joyería, así como para la determinación del espesor en piezas de joyería recubiertas.**

Elemento	Método de prueba que pueden usarse	Método ISO	Resultados	Repetibilidad *
Oro	Copelación	ISO 11426:2014 Apéndice C	Contenido de oro en la muestra en partes por millar, (‰)** y en Kilates	0.5 ‰ para aleaciones de oro amarillo y rojo (0.012 Kilates).  1.0 ‰ para aleaciones de oro blanco (0.024 Kilates)  0.2 ‰ para aleaciones de oro conteniendo 990 ‰ o mayor (0.0048 Kilates)
	Fluorescencia de rayos X – de dispersión de energía (ED-XRF)	Apéndice J		La incertidumbre de la medición no debe exceder $\pm 4.16\%$ . Cuando la incertidumbre sea mayor o en situaciones de inconformidad se debe usar el otro método indicado para oro.
Plata	Potenciométrico	Puede usarse ISO 13756:2015 ó la ISO 11427:2014 Apéndice D	Contenido de plata en la aleación en partes por millar (‰)	* 1 ‰ de plata.
	Fluorescencia de rayos X – de dispersión de energía (ED-XRF)	Apéndice J		La incertidumbre de la medición no debe exceder $\pm 4.16\%$ . Cuando la incertidumbre sea mayor o en situaciones de inconformidad se debe usar el otro método indicado para plata.
Paladio	Gravimétrico	ISO 11490:2015 Apéndice E	Contenido de paladio en la aleación en partes por millar (‰)	* 5 ‰ de paladio.
	Espectrométrico	ISO 11495:2019 Apéndice I.		* 3 ‰ de paladio.
	Fluorescencia de rayos X – de dispersión de energía (ED-XRF)	Apéndice J		La incertidumbre de la medición no debe exceder $\pm 4.16\%$ . Cuando la incertidumbre sea mayor o en situaciones de inconformidad se debe usar cualquiera de los otros métodos indicados para paladio.
Platino	Gravimétrico	ISO 11210:2014 Apéndice F	Contenido de platino en la aleación en partes por millar (‰)	* 3 ‰ de platino.
	Espectrométrico	ISO 11494:2019 Apéndice I.		La incertidumbre de la medición no debe exceder $\pm 4.16\%$ . Cuando la incertidumbre sea mayor o en situaciones de inconformidad se debe usar cualquiera de los otros métodos indicados para platino.
	Fluorescencia de rayos X – de dispersión de energía (ED-XRF)	Apéndice J		

Espesor y composición química de recubrimiento.	Microscopía electrónica de barrido	ISO 9220:1988 Apéndice G	Espesor de recubrimiento, $\mu\text{m}$ .	Incertidumbre: < 10 % o 0.1 $\mu\text{m}$ para espesor < 10 % para composición química
	Fluorescencia de rayos X	ISO 3497:2000 Apéndice H	Composición química, % (porcentaje)	Incertidumbre: < 10 % para espesor < 15 ‰ para composición química

\*Repetibilidad de determinaciones duplicadas

\*\* Partes por millar (‰) es equivalente a milésimas.

### 8.3.1 Evaluación de repetibilidad

**8.3.1.1** La repetibilidad deberá ser evaluada sobre el análisis por duplicado realizado en cada uno de los especímenes de prueba, seleccionado del total del número de ítems del producto, de acuerdo a lo establecido en la Tabla 3.

Por lo tanto, por cada artículo muestreado se prepararán 2 submuestras para su análisis, cumpliéndose el criterio de repetibilidad por cada espécimen de prueba muestreado. El criterio de repetibilidad no será comparable entre submuestras de origen diferente.

**8.3.1.2** Evaluación de la ley de los metales preciosos: el promedio de los análisis realizados para cada muestra deberá cumplir con el criterio de la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio y sus tolerancias.

**8.3.1.3** Evaluación de productos recubiertos con metales preciosos: el promedio de los análisis realizados para cada muestra deberá cumplir con la especificación de productos recubiertos de metales preciosos: oro, plata, platino y paladio y sus tolerancias.

**8.3.1.4** Evaluación de incertidumbre: la incertidumbre debe ser estimada acorde a los apéndices cuando corresponda.

## 8.4 Procedimiento de Inspección (Verificación)

**8.4.1** La evaluación de la conformidad debe ser efectuada por parte de las unidades de verificación o inspección, según corresponda, acreditadas y aprobadas, conforme lo dispuesto en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según les aplique, al momento de la ejecución de dicha evaluación.

**8.4.2** Para iniciar el proceso de inspección los solicitantes deben presentar a las unidades de verificación o inspección, de su elección lo siguiente:

- a) Firmar el contrato de prestación de servicios de evaluación.
- b) Presentar la solicitud de servicio correspondiente indicando los productos para los cuales se realizará dicha evaluación.
- c) Realizar el pago correspondiente por los servicios de evaluación de la conformidad.
- d) Indicar el o los lugares en donde se llevará a cabo la evaluación del producto y en los cuales la unidad realizará el muestreo.
- e) Señalar el o los laboratorios acreditados y en su caso aprobados que realizarán las pruebas correspondientes conforme a los métodos establecidos en esta Norma Oficial Mexicana.

**8.4.3** Una vez integrada la solicitud, las unidades de verificación o inspección, revisarán que la misma se encuentre completa y debidamente formulada conforme a lo dispuesto en el numeral anterior.

**8.4.3.1** En caso de existir alguna deficiencia en la solicitud; la unidad requerirá al solicitante, para que realice las correcciones de las deficiencias encontradas. Lo anterior en un plazo que no exceda de 5 días hábiles después de que la unidad recibió la solicitud.

**8.4.3.2** El solicitante debe realizar las correcciones de las deficiencias en un plazo que no exceda de 10 días hábiles después de haber recibido la notificación de la unidad. En caso de que el solicitante no realice las correcciones solicitadas, se entenderá como rechazada la solicitud y deberá realizarse un nuevo trámite.

**8.4.4** Las unidades de verificación o inspección, deben conformar un expediente de servicio, asignándole al solicitante un folio de atención para que puedan dar seguimiento al servicio solicitado.

**8.4.5** Las unidades de verificación o inspección, según corresponda, acreditadas y aprobadas, conforme a la Ley Federal sobre Metrología y Normalización o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según les aplique, establecerán internamente fecha y hora para la realización de la visita de toma de muestras, en un plazo máximo de 5 días hábiles contados a partir de la asignación del folio de atención.

**8.4.6** El personal de las unidades de verificación o inspección, debe presentarse en el lugar de la visita con el oficio de notificación que los acredite como tal y llevar a cabo la toma de muestras conforme a lo previsto por el numeral 8.2. de esta Norma Oficial Mexicana.

**8.4.7** Las muestras se recabarán por duplicado, para efectos de que la pieza elegida para las unidades de verificación o inspección, dichas muestras se parten en dos conforme a lo previsto por el numeral 8.2. de esta Norma Oficial Mexicana.

**8.4.8** El personal de las unidades de verificación o inspección, procederá a asegurar y precintar la muestra tomada con la finalidad de que la misma pueda ser enviada al laboratorio, de manera tal que no se vea alterada hasta su recepción por el laboratorio.

**8.4.9** La muestra puede ser enviada al laboratorio ya sea; por las unidades de verificación o inspección, o por el solicitante de manera consensada entre ambos.

**8.4.10** La muestra debe enviarse al laboratorio en un plazo no mayor a 2 días hábiles contados a partir de que la muestra fue recabada. El encargado de enviar la muestra al laboratorio debe hacerse responsable de la inviolabilidad del precinto y del resguardo de las condiciones de la muestra.

**8.4.11** Una de las partes de la muestra, es considerada muestra testigo o respaldo. La muestra testigo o respaldo quedará en resguardo del solicitante o del establecimiento verificado, según sea donde se encuentre.

**8.4.12** Una vez que el laboratorio reciba la parte de la muestra recabada que fue destinada a prueba; se llevará a cabo el ensayo correspondiente a lo previsto en el numeral 8.3. de esta Norma Oficial Mexicana. El informe de resultados resultante se envía a las unidades de verificación o inspección, conforme a lo descrito en el Apéndice A de la presente Norma.

**8.4.13** Las unidades de verificación o inspección, deben analizar el informe de resultados emitido por el laboratorio con el fin de evaluar la conformidad del producto.

**8.4.14** Si de la primera evaluación se aprecia cumplimiento con la presente Norma Oficial Mexicana, se tendrá por aprobada la evaluación.

**8.4.15** Si de la primera evaluación se aprecia incumplimiento con la presente Norma Oficial Mexicana, se repetirá la evaluación si así se solicita, sobre la muestra testigo o respaldo, previa notificación al solicitante por parte de las unidades de verificación o inspección.

**8.4.16** El solicitante podrá pedir a las unidades de verificación o inspección, la realización de un segundo análisis sobre el testigo o respaldo dentro de los siguientes cinco días hábiles después de haber sido notificado del resultado de la primera evaluación. El solicitante debe presentar la muestra testigo o respaldo que está en su poder, sin que el sobre, bolsa, envase, material de protección o depósito que lo contenga presente indicios de violación o alteraciones.

En caso de no realizarse la solicitud, quedará en firme el resultado de la primera evaluación.

**8.4.16.1** Si del resultado de la segunda evaluación se infiere que las muestras se encuentran en cumplimiento de las disposiciones de esta Norma Oficial Mexicana; se tendrá por aprobada la evaluación.

**8.4.16.2** Si se confirmase la deficiencia encontrada se emitirá un resultado de incumplimiento por parte de la unidad.

**8.4.17** Una vez analizado el informe de resultados, las unidades de verificación o inspección, proceden a evaluar los requisitos de información al consumidor previstos en la presente Norma Oficial Mexicana, debiendo hacer énfasis en los siguientes requisitos:

- a) Identificación del país de origen del producto.
- b) Identificación del fabricante o en su caso del importador del producto, a través del número de registro establecido para tales efectos conforme a esta Norma Oficial Mexicana.
- c) Marcado del contraste en el cuerpo del producto o en su caso etiqueta o cintillo conforme a la Ley de los metales preciosos: oro, plata, platino y paladio definida en la presente Norma Oficial Mexicana.
- d) En el caso de los productos recubiertos, la pureza y espesor del metal precioso en el cuerpo del producto, etiqueta o cintillo; de acuerdo a la presente Norma Oficial Mexicana.

**8.4.18** Las unidades de verificación o inspección, deben constatar la congruencia entre la información señalada en el inciso c) y d) y el informe de resultados de laboratorio correspondiente a dicho producto.

**8.4.19** Una vez revisados los resultados previstos en los numerales anteriores y de ser satisfactorios los mismos, las unidades de verificación o inspección, emiten constancia y/o dictamen de cumplimiento, la cual debe identificar el o los productos evaluados, vigencia, titular de la constancia, sitio de exhibición o lugar que ampara a la evaluación y condiciones para su mantenimiento.

**8.4.20** La validez de la constancia de cumplimiento será de 1 año y la misma estará sujeta a que se realice al menos 1 visita de seguimiento durante dicho periodo.

**8.4.21** El presente procedimiento de evaluación de la conformidad, se aplicará sin perjuicio de las facultades de verificación y vigilancia de las autoridades que realizarán sus actividades de manera concordante conforme a este procedimiento y a las atribuciones que les confiere la Ley aplicable.

## **9. Verificación y vigilancia**

La verificación y vigilancia estará a cargo de la Procuraduría Federal del Consumidor y de la Dirección General de Normas en el ámbito de sus respectivas atribuciones y de conformidad con la Ley Federal de Protección al Consumidor y la Ley Federal sobre Metrología y Normalización o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según aplique.

## **10. Concordancia con Normas Internacionales**

La presente Norma Oficial Mexicana, no es equivalente (NEQ) con ninguna Norma Internacional por no existir esta última al momento de elaborar la presente Norma.

### **Apéndice A**

#### **(Normativo)**

#### **Informe de resultados**

- A.1** El informe de resultados de los productos probados para cumplir con la presente Norma Oficial Mexicana, deben cumplir con los requisitos siguientes:
- a)** estar escrito en español,
  - b)** debe provenir de un laboratorio de pruebas, que cuente con acreditación y con aprobación, conforme a lo establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización o la Ley de Infraestructura de la Calidad, según aplique al momento de la ejecución de la evaluación de la conformidad,
  - c)** cumplir con los requisitos establecidos en la NMX-EC-17025-IMNC-2018 vigente,
  - d)** contener fotografías del producto, de sus partes exteriores, y que en su caso sean determinantes en la aplicación y resultados de las pruebas,
  - e)** debe presentar los resultados de las pruebas para cada uno de los requisitos particulares de la presente Norma Oficial Mexicana que apliquen al producto en cuestión,
  - f)** los informes de resultados deben reflejar todas las pruebas a las que ha sido sometido el producto en cuestión, y
  - g)** cuando aplique, contener un listado de componentes esenciales evaluados incorporados al producto, atendiendo en su caso a los definidos en los requisitos aplicables, señalando las especificaciones y características de éstos.

### **Apéndice B**

#### **(Informativo)**

#### **Agrupación de productos como una familia de productos**

- B.1** Los modelos del producto se consideran de la misma familia siempre y cuando cumplan con las condiciones siguientes:
- I. Del mismo tipo:**
- a) Joyería
  - b) Orfebrería
  - c) Vajillas
  - d) Cubiertos
- II. Del mismo metal precioso**
- a) Oro
  - b) Plata
  - c) Platino
  - d) Paladio
- III. De la misma técnica de procesado.**
- a) Laminado, adherido o mecánico
  - b) Chapeado o electrolítico

**Apéndice C  
(Normativo)**

**Determinación de oro en joyería: Método de copelación**

**C.1 Requerimiento de equipamiento e insumos principales.**

Los principales requerimientos en reactivos y equipamiento se enlistan a continuación.

**C.1.1 Reactivos grado analítico**

- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), 33% fracción masa, con bajos contenidos de haluros, el cual se verifica con prueba con nitrato de plata.
- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), 49% fracción masa, con bajos contenidos de haluros, el cual se verifica con prueba de nitrato de plata.
- Plomo, grado ensayo, libre de metales preciosos y bismuto; en forma de láminas, bolas o tabletas.
- Plata pura, para la encuartación, de pureza mínima de 999 partes por mil (‰) en masa, libre elemento del grupo del oro y platino.
- Oro puro para las pruebas de verificación:
  - a)** Para determinaciones de oro en masa de entre 333 milésimas (7,992 Kilates) y 990 milésimas (23,76 Kilates), la pureza del estándar debe ser de 999,9 milésimas (23,997 Kilates).
  - b)** Para determinaciones de oro en masa de más de 990 milésimas (23,76 Kilates), la pureza del estándar debe ser de 999,99 milésimas (23,999 Kilates).
- Paladio puro, para pruebas de verificación con pureza mínima de 999.5 (‰) en masa, y libre de oro.
- Níquel, para pruebas de verificación, en forma de una pre-aleación, libre de metales preciosos.
- Cobre (lámina o alambre) para pruebas de verificación, con pureza mínima de 999 (‰) masa, libre de elementos del grupo del oro y platino.
- Tetraborato de sodio anhidro ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ).
- Agua destilada.

**C.1.2 Equipamiento**

- Horno de copelación, capaz de mantener una atmósfera oxidante.
- Copelas de óxido de magnesio o ceniza de hueso calcinado, en forma simple o de bloque, capaz de absorber el plomo y los óxidos metálicos, preferentemente en medidas de 28 a 38 mm de diámetro.



- Matraz volumétrico o gradillas con diversas unidades tipo copas, resistentes al ácido nítrico.
- Crisoles para recocido, hechos de material refractario.
- Tenazas o pinzas de copelación.
- Pinzas de ensayo o Yunque pulido, o bien una prensa.
- Martillo pulido, de una masa mínima de 400 g; puede ser reemplazado por una prensa.
- Platos de escorificación, usualmente de 50 mm de diámetro.
- Tenazas o pinzas para escorificación.
- Cepillo para limpieza en ensayo.
- Balanza analítica con resolución de medida mínima de 0.01 mg.

### **C.2 Muestreo.**

- La pieza es dividida de 4 a 8 partes iguales. De cada parte se toma una sección y se colecta hasta tener una muestra representativa homogénea de aproximadamente 1 g.
- Esta muestra representativa homogénea es posteriormente fundida.
- Una vez fundida, se enfría con agua potable.
- Una vez enfriada, se lamina en un laminador.
- La lámina resultante es cortada con pinzas de corte hasta obtener la muestra mínima requerida por el ensayo.

### **C.3 Procedimiento.**

Cuando la composición de las muestras sea desconocida, deberá realizarse un análisis preliminar para determinar la composición aproximada del material, por ejemplo, fluorescencia de rayos X.

Todos los análisis deben realizarse por duplicado.

#### **C.3.3.1 Caso I. Aleaciones de oro amarillo y rojo, libres de níquel y oro blanco de paladio.**

##### **C.3.3.1.1 Pesaje de muestras.**

Pesar dos muestras de ensayo de la aleación a analizar, con un peso entre 125 mg a 250 mg, y colocarlas en la lámina de plomo grado ensayo. La masa de plomo debe ser de al menos 4 g para muestras de aleación de oro de hasta 200 mg, y 6 g para muestras de aleación entre 201 mg y 300 mg. Agregar plata pura, lo equivalente a 2.3 a 3 veces la masa del oro fino presente. Envolver la mezcla (muestra plomo-plata) con la lámina de plomo, lo más compacta posible.

Preparar al menos dos muestras de ensayo de referencia, a partir de oro puro y plata pura, en cantidades de masa correspondientes a los contenidos de oro y plata esperados (incluyendo la plata agregada para encuartación) de la muestra de ensayo. El contenido total de los metales base de las muestras de ensayo, es considerado por la adición de la cantidad correspondiente de cobre. Los pasos subsecuentes se aplican tanto a las muestras de ensayo, como a las muestras de referencia.

##### **C.3.3.1.2 Copelación.**

- Colocar las muestras de ensayo y referencia, envueltas de forma compacta en la lámina de plomo, en copelas precalentadas a una temperatura de al menos 1000° C en el horno de copelación.
- Colocar todas las copelas (muestras de ensayo y referencia), en el horno de copelación a una temperatura de 1050° C a 1150° C, cuidando de colocar las copelas de referencia lo más cerca posible de las copelas de ensayo.
- Calentar las copelas por 25 min, bajo condiciones oxidantes hasta completar el proceso de copelación. Remover las copelas del horno. Permitir que los botones de metal precioso formados se enfríen antes de retirarlos de las copelas con las pinzas de ensayo. Sujetar fuertemente los botones y cepillar la parte inferior cuidadosamente con un cepillo, para remover cualquier material adherido.
- Aplanar los botones de metal sobre el yunque pulido con el martillo pulido y recocerlos por calentamiento al rojo vivo. Tener cuidado de no derretirlo. Laminar los botones en tiras gruesas de 0.12 mm a 0.15 mm de espesor y recocer nuevamente. Enrollar las tiras en forma de cono evitando la contaminación o pérdidas de oro. Cuidar que la superficie que estuvo en contacto con la copela sea la superficie externa del cono formado. Examinar la copela cuidadosamente para asegurarse que el botón de metal formado contiene todo el oro de la muestra. Si en los residuos se encuentra una gota, el ensayo completo debe ser repetido.

##### **C.3.3.1.3 Separación de las muestras de oro y plata.**

- Utilizar, siempre, para esta etapa del procedimiento una campana de extracción de gases.

##### **C.3.3.1.4 Separación en matraces individuales.**

- Sumergir los conos de metal precioso en matraces volumétricos con 20 ml de ácido nítrico (33 % masa) y llevarlos a ebullición.
- Continuar calentando por 15 min o hasta que la producción de vapores nitrosos haya cesado, lo que suceda en más tiempo. Decantar y lavar con agua. Repetir el tratamiento usando 20 ml de ácido nítrico (49 % masa).
- Transferir los conos de oro a crisoles de recocido. Secarlos y recocerlos a 500°C a 850°C por aproximadamente 5 minutos. Permitir el enfriado y pesar (peso constante).

#### **C.3.3.2 Caso II. Aleaciones de oro blanco con níquel.**

Para el caso de aleaciones de oro blanco con níquel, el procedimiento de ensayo al fuego implica el uso de plomo adicional o la implementación de un proceso de escorificación. Las muestras de ensayo de referencia deben contener aproximadamente la misma cantidad de níquel que la muestra de ensayo.

##### **C.3.3.2.1 Copelación con plomo adicional.**

La copelación con plomo adicional implica el uso de 4 g de plomo extra y el uso de copelas más grandes. La adición de plomo se realiza preferentemente, mediante un botón de plomo agregado al botón de metal precioso caliente en la copela después de que los vapores de óxido de plomo de la operación inicial hayan cesado. También es posible agregar el plomo al inicio del ensayo.

##### **C.3.3.2.2 Escorificación.**

Es un pretratamiento que implica el envolver la muestra en una laminilla de plomo de 2 g.

- a) La muestra que consiste de 125 mg a 250 mg de oro es encuartada con plata, en una relación de 2.3 a 3 veces la masa de oro presente.
- b) Colocar esta cápsula formada en un plato de escorificación junto con 15 g de plomo y 1.5 g a 2 g de tetraborato de sodio; calentar a 1000° C en el horno. Puede ser necesario incrementar el suministro de aire para oxidar el plomo presente.
- c) Después de un lapso de 20 min a 30 min, cuando una escoria líquida cubra la superficie del plato, elevar la temperatura a 1100° C por aproximadamente 2 min.
- d) Remover el plato con las tenazas, enfriar y separar el botón con plomo de la escoria. Este botón, el cual contiene la plata y el oro original, es copelado como se describió en el caso I del oro amarillo.
- e) Las muestras de referencia con níquel se tratan en la misma manera.

#### **C.3.3.3 Caso III. Aleaciones de oro blanco con paladio.**

Para aleaciones de oro blanco conteniendo paladio, los conos formados después del proceso de copelación y separación, deben ser re-copelados. Este segundo proceso de copelación implica la adición de 4 g de plomo, además de plata en una relación de 2.5 veces la masa de oro, y una pequeña pieza (50 mg aproximadamente) de cobre. Por último, repetir el proceso de separación y pesar los conos finales. Las muestras de ensayo de referencia deben contener aproximadamente la misma cantidad de paladio que la muestra de ensayo.

#### **C.3.3.4 Caso IV. Aleaciones de oro con más de 40 % de plata.**

Este tipo de aleaciones deben ser tratadas como aleaciones de oro amarillo, con las consideraciones necesarias respecto al alto contenido de plata presente y la adición de plata para la encuartación.

#### **C.3.3.5 Caso V. Aleaciones de Oro 999 ‰ (23.997 Kilates)**

Para el caso de aleaciones con altos contenidos de oro, 999 ‰ (23.997 Kilates), es necesario incrementar la exactitud del procedimiento para lo cual, se requiere modificar el procedimiento descrito para las aleaciones de oro amarillo, **Caso I**, de la siguiente manera:

- a) Pesar al menos 250 mg de aleación; agregar  $20 \pm 5$  mg de cobre a la muestra y la plata para la encuartación como en el caso I.
- b) Las muestras de referencia deben ser de una pureza de 999.99 ‰ (23.9997 Kilates) y se debe cuidar que la masa de plata de encuartación agregada esté dentro del mismo rango que la masa de la muestra de referencia (+ 10 mg). Analizar en paralelo al menos dos muestras de referencia junto con las muestras de ensayo.
- c) Después de la copelación, aplanar y limpiar los botones, cuidando que éstos posean aproximadamente la misma forma y espesor; recocer los botones aplanados en una mufla al rojo vivo para obtener las mismas condiciones de recristalización.
- d) Realizar la operación de separación como en el método original, cuidando que la cantidad de ácido y tiempo de separación sean los mismos para todas las muestras de la misma serie. Finalmente, secar y recocer en paralelo todos los conos de oro fino.

#### **C.3.4 Cálculo y expresión de resultados.**

- Factor de la muestra de ensayo de referencia

$$F = m_1 / m_2 \text{ Ec. (C.1)}$$

Donde:

$m_1$  = es la masa, en miligramos, de la muestra de ensayo de referencia.

$m_2$  = es la masa, en miligramos, del cono de la muestra de ensayo de referencia.

### C.3.5 Cálculo del contenido de oro.

$$W_{Au} = \frac{m_4 \times \bar{F}}{m_3} \times 10^3 \text{ Ec. (C.2)}$$

Donde:

$W_{Au}$  = Contenido de oro, en partes por mil, de la masa de aleación.

$m_3$  = masa en miligramos de la muestra.

$m_4$  = masa en miligramos del cono de la muestra.

$\bar{F}$  = Valor promedio de los factores de las muestras de ensayo de referencia.

Para obtener el valor en Kilates multiplicar el resultado anterior por 24

### C.3.6 Repetibilidad.

Para determinaciones duplicadas, los resultados deben de diferir en menos de:

- 0.5 partes por mil (‰) en masa o 0.012 Kilates para aleaciones de oro amarillo y rojo.
- 1.0 partes por mil (‰) en masa o 0.024 Kilates para aleaciones de oro blanco.
- 0.2 partes por mil (‰), en masa o 0.0048 Kilates para aleaciones de oro conteniendo 990 (‰) o más de oro (23.769 Kilates o más).

Si la diferencia es mayor que esta, el ensayo debe repetirse.

- Para el caso de las muestras de ensayo de referencia de las aleaciones de alto contenido de oro de 990 ‰ o superiores (23.769 Kilates o superiores), los valores de F corridos en paralelo no deben diferir por más de 0.16 ‰. Si la diferencia es mayor el ensayo debe repetirse.

## Apéndice D

### (Normativo)

#### Determinación de plata en joyería de plata: Método volumétrico- potenciométrico, usando cloruro de sodio, cloruro de potasio o bromuro de potasio.

##### D.1 Requerimiento de equipamiento e insumos principales.

###### D.1.1 Reactivos grado analítico

- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), 33% fracción masa, de bajo contenido de haluros (revisar con prueba de nitrato de plata).
- Solución de cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ), 0.1 mol/L. Disolver 5.84 g de  $\text{NaCl}$ , secado a 105 °C, en agua destilada y diluir a 1000 ml.
- Solución de cloruro de potasio ( $\text{KCl}$ ), 0.1 mol/L. Disolver 7.44 g de  $\text{KCl}$ , secado a 105 °C, en agua destilada y diluir a 1000 ml.
- Solución de bromuro de potasio ( $\text{KBr}$ ), 0.1 mol/L. Disolver 11.901 g de bromuro de potasio, secado a 105 °C, en agua y diluir a 1000 ml.
- Solución de dimetilglioxima disódica octahidratada. Disolver 10 g de la sal de dimetilglioxima disódica octahidrato en 1000 ml de agua destilada, para eliminación de paladio.
- Plata. Pureza de 999.9 ‰ en masa.

**NOTA:** Preparar solo una de las soluciones, ya sea  $\text{NaCl}$  o  $\text{KCl}$  o  $\text{KBr}$ .

###### D.1.2 Equipamiento.

- Aparato de titulación potenciométrica. Para el caso de titulación con solución estándar de  $\text{NaCl}$  o  $\text{KCl}$  utilizar electrodos de referencia de plata recubiertos con cloruro de plata y de  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{SO}_4$ , o algún otro electrodo de referencia. En el caso de titulación con solución de  $\text{KBr}$  utilizar electrodos de referencia de plata recubiertos con bromuro de plata y de  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{SO}_4$  o algún otro electrodo de referencia.
- Bureta tipo pistón, automática, conectada al potenciómetro, capaz de entregar incrementos de 0.05 ml en el punto de equivalencia.
- Balanza analítica, con una resolución mínima de 0.01 mg.

##### D.2 Muestreo. La pieza es dividida de 4 a 8 partes iguales.

- De cada parte se toma una sección y se colecta hasta tener una muestra representativa homogénea de aproximadamente 1 g.
- Esta muestra representativa homogénea es posteriormente fundida.
- Una vez fundida, se enfría con agua potable.
- Una vez enfriada, se lamina en un laminador.
- La lámina resultante es cortada con pinzas de corte hasta obtener la muestra mínima requerida por el ensayo.

### D.3 Procedimiento.

#### D.3.1 Preparación de estándares de plata.

- Pesar tres muestras de plata (pureza de 999.9 ‰ en masa), de 300 mg a 500 mg con una exactitud lo más cercana a 0.01 mg y colocarlas en vasos de precipitados de vidrio. La masa de plata de los estándares debe estar en el rango de 20 mg respecto a la masa de plata esperada en la muestra.
- Agregar 5 ml de ácido nítrico al 33 % a cada muestra y calentarlos moderadamente para disolver la plata cubriendo los vasos de precipitados con vidrios de reloj. Calentar hasta que la producción de óxidos de nitrógeno haya cesado.
- Posteriormente enfriar a temperatura ambiente. Enjuagar, con agua destilada, los vidrios de reloj en los vasos de precipitados y transferir éstos al aparato de titulación. Agregar una cantidad mínima de agua, entre 20 ml y 60 ml, para cumplir los requerimientos del aparato de titulación para la agitación y medición.

#### D.3.2 Titulación de la solución estándar de plata.

- Agregar por medio de la bureta automática, bajo condiciones de agitación, la solución estándar de NaCl o KCl o KBr, en una cantidad suficiente para precipitar aproximadamente el 95 % de la plata en la solución. Titular la plata remanente de tal forma que el punto de equivalencia pueda ser interpolado a partir de incrementos de 0.05 ml de la solución estándar de NaCl o KCl o KBr. \*

#### D.3.3 Cálculo del factor de solución.

El factor de solución para la solución estándar de NaCl o KCl o KBr, F, es calculado usando la siguiente fórmula:

$$F = \frac{m_{AgF}}{V_{AgF}} \text{ Ec. (D.1)}$$

Donde:

$m_{AgF}$  = Es la masa de la plata, en miligramos.

$V_{AgF}$  = Es el volumen de la solución estándar de NaCl o KC o KBr, al punto de equivalencia, en mililitros.

El valor del factor de solución, F, no debe diferir por más de 0.05 % para las soluciones estándares de plata analizadas, usándose, obligatoriamente, su valor promedio,  $\bar{F}$  para los cálculos subsecuentes. El factor de solución debe determinarse inmediatamente antes del análisis de las muestras de aleación.

\*Esta etapa puede ser realizada de forma automática por un equipo adecuado de titulación potenciométrica, mediante la medición de la diferencia de potencial a través de los electrodos.

### D.4 Determinación de plata en la muestra de análisis.

- Preparación de la solución de la muestra de aleación. Pesar dos porciones de la muestra de aleación, aproximadamente 300 mg a 500 mg, con una precisión de 0.01 mg y colocarlas en vasos de precipitados de vidrio.
- Agregar 5 ml de ácido nítrico al 33 % a cada muestra y calentarlos moderadamente para disolver la aleación cubriendo los vasos de precipitados con vidrios de reloj. Calentar hasta que la producción de óxidos de nitrógeno haya cesado.
- Posteriormente enfriar a temperatura ambiente. Enjuagar, con agua destilada, los vidrios de reloj en los vasos de precipitados y transferir éstos al aparato de titulación. Agregar una cantidad mínima de agua, para cumplir los requerimientos del aparato de titulación para la agitación y medición.

- Eliminación de paladio. Si la aleación contiene paladio, debe ser eliminado, mediante la adición de la solución de dimetilgloxima disódica octahidratada. Por cada 100 mg de paladio, agregar 50 ml de esta solución antes de llevar a cabo la titulación.
- Titulación de la solución de la muestra de aleación. Proceder exactamente como en el procedimiento para la titulación de la solución estándar de plata (Apéndice D, sección D.3.2). Tener en consideración que puede ser necesario realizar una prueba piloto para determinar el contenido aproximado de plata.

#### D.5 Cálculo y expresión de resultados.

- La masa de plata en la muestra de la aleación,  $m_{Ag}$ , en miligramos, es calculada usando la siguiente ecuación:

$$m_{AgS} = \bar{F} \cdot V_{AgS} \text{ Ec. (D.2)}$$

Donde:

$\bar{F}$  es el factor promedio de solución de NaCl o KCl o KBr, en miligramos de plata por cada mililitro de solución.

$V_{AgS}$  = Es el volumen de la solución de NaCl o KCl o KBr, al punto de equivalencia, en mililitros para la muestra de aleación analizada.

- El contenido de plata en la aleación  $W_{Ag}$ , en partes por millar (‰), se calcula usando la siguiente fórmula:

$$W_{Ag} = \frac{m_{AgS}}{m_s} \cdot 10^3 \text{ Ec. (D.3)}$$

Donde  $m_s$  es la masa de la muestra, en miligramos.

#### D.6 Repetibilidad.

Los resultados de las determinaciones duplicadas no deben diferir en más de 1 parte por millar (1 ‰) en masa de plata. Si la variación es mayor que ésta, el ensayo debe repetirse.

### Apéndice E

#### (Normativo)

#### Determinación de paladio en joyería: Método gravimétrico usando dimetilgloxima.

##### E.1 Requerimiento de equipamiento e insumos principales.

##### E.1.1 Reactivos grado analítico.

- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), aproximadamente 65 % a 70 % fracción masa de  $\text{HNO}_3$ .
- Ácido nítrico diluido, 1.39%.
- Ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 30 % a 37% fracción masa.
- Ácido clorhídrico diluido (HCl), 8.5 % fracción masa.
- Solución de dimetilgloxima. Disolver 10 g de dimetilgloxima en 1000 ml de etanol.
- Cloruro de amonio.
- Ácido fluorhídrico, 40 % fracción masa.
- Ácido sulfúrico, 50 % fracción masa.
- Gas reductor, hidrógeno o mezcla hidrógeno/nitrógeno.
- Gas inerte a presión, dióxido de carbono o nitrógeno.
- Agua regia. 3 partes en volumen de HCl (30 %-37 %) por una parte en volumen de  $\text{HNO}_3$ (65 %-70 %).
- Utilizar agua destilada o bien desionizada.

##### E.1.2 Equipamiento principal.

- Aparato de reducción. Para mayor referencia ver Apéndice A, de la norma ISO 11490:2015.
- Platillos de platino de 10 ml.
- Equipo de espectroscopia de absorción atómica (AAS) o de espectroscopia de emisión óptica (ICP-OES), o algún otro equipo para determinar trazas de metal.
- Mufla, capaz de mantener la temperatura a 900 °C.
- Papel filtro libre de cenizas, capaz de retener partículas mayores de 3  $\mu\text{m}$ .

- Balanza analítica, con una resolución mínima de 0.01 mg.

## **E.2 Muestreo.**

La pieza es dividida de 4 a 8 partes iguales. De cada parte se toma una sección y se colecta hasta tener una muestra representativa homogénea de aproximadamente 1 g.

- Esta muestra representativa homogénea es posteriormente fundida.
- Una vez fundida, se enfría con agua potable.
- Una vez enfriada, se lamina en un laminador.
- La lámina resultante es cortada con pinzas de corte hasta obtener la muestra mínima requerida por el ensayo.

## **E.3 Procedimiento.**

**E.3.1** Aplanar la muestra a un espesor menor que 0.5 mm y pesar una muestra para análisis conteniendo entre 150 mg y 200 mg de paladio con una exactitud de 0.01 mg. Transferir la muestra a un vaso de precipitados de perfil alto de 800 ml. Agregar 10 ml de ácido nítrico (65%-70%) y calentar a una temperatura en un rango de 70°C- 80°C, por 20 minutos, cubriendo el vaso de precipitados con un vidrio de reloj. Posteriormente, agregar 30 ml de HCl (30%-37%) para completar la disolución, manteniendo el vidrio de reloj sobre el vaso de precipitados.

**E.3.2** Si se forman precipitados de cloruro de plata insolubles, es necesario fracturarlos usando una varilla de vidrio para asegurar que todo el metal sea disuelto.

**E.3.3** Remover el vidrio de reloj de la superficie del vaso y permitir la evaporación de forma moderada hasta sequedad. Disolver el residuo en 10 ml de HCl (30 %-37 %) y diluir a 100 ml aproximadamente.

**E.3.4** Si se forman precipitados, permitir que se sedimenten por 12 h en un lugar oscuro o cubriéndolos de la luz. Filtrar y lavar con ácido nítrico diluido (1.39%). Conservar el precipitado para la determinación de trazas de paladio usando métodos espectroscópicos como AAS o ICP-OES. Agregar 20 ml de HCl (30 %-37 %) a la solución de ácido clorhídrico proveniente de la etapa E 3.3. Si se formaron precipitados en dicha etapa E 3.3., agregar estos 20 ml de HCl (30%-37%) a la solución filtrada y de los lavados resultante. Diluir a 400 ml aproximadamente, enfriar a 15 °C y agregar la solución de dimetilgloxima en alícuotas de 5 ml, considerando la adición de 30 ml de esta solución por cada 100 mg de paladio esperado.

**E.3.5** Permitir que sedimente el sistema por una hora. Posteriormente filtrar y lavar con solución de dimetilgloxima (diluida 10 veces con agua destilada, respecto a la solución usada en el paso anterior). Conservar la solución filtrada y los lavados para la determinación de paladio usando métodos espectroscópicos (AAS o ICP-OES, por ejemplo) para corregir el resultado final.

**E.3.6** Transferir los precipitados y el filtro a un crisol de porcelana previamente pesado (peso constante). Cuidadosamente aplane el filtro (para obtener una superficie plana) y posteriormente secar en un horno a una temperatura de 110°C-120°C por 3 h, cubriendo la muestra con una capa, aproximadamente 3 mm de espesor de cloruro de amonio, (para un crisol de 40 mm de diámetro usar 4 g de cloruro de amonio aproximadamente), para prevenir pérdidas de paladio durante la ignición.

**E.3.7** Calentar el crisol poco a poco, por alrededor de 40 min: primeramente, para carbonizar el papel y posteriormente, descomponer el complejo de paladio, así como el cloruro de amonio. El cloruro de amonio se descompone a una temperatura de 340°C. Cuando haya cesado la producción de gases humeantes, someter la muestra a ignición a una temperatura de 800°C ± 50°C por 1 h.

**E.3.8** Reducción química. El paladio parcialmente oxidado es reducido a estado metálico mediante calentamiento en presencia de un gas reductor (hidrógeno o una mezcla hidrógeno/nitrógeno), permitiendo que se enfríe en una atmósfera de gas inerte. La reducción puede llevarse a cabo utilizando un aparato denominado "Aparato de Reducción de Rose".

**E.3.9** Pesar el producto para obtener una masa aproximada de paladio.

**E.3.10** Posteriormente transferir la muestra de paladio a un disco de platino. Humedecer la muestra con ácido fluorhídrico (40 % masa) y agregar tres gotas de ácido sulfúrico diluido (50 %). Calentar la solución hasta que comiencen a producirse gases humeantes, enfriar la solución y extraer el residuo con un poco de agua caliente. Filtrar y lavar con agua. Combinar la solución filtrada y los lavados con aquellos de anteriores filtraciones. Transferir el paladio y el filtro a un crisol, someter a ignición a 700°C y reducir como se describió en la etapa de reducción química (E.3.8). Pesar nuevamente la masa final.

**E.3.11** Si se sospecha que el paladio esté contaminado, éste debe disolverse en agua regia. La masa de los elementos determinados por análisis espectroscópicos debe ser restada de la masa final de paladio. O bien, la masa final de paladio obtenido debe ser limpiada repitiendo todo el procedimiento anteriormente descrito desde la etapa E.3.1 a la etapa E 3.10.

**E.3.12** Los filtrados y lavados combinados son analizados por paladio mediante métodos instrumentales usualmente AAS o ICP-OES. El exceso de dimetilglioxima es destruido por evaporación a sequedad, tratando el residuo con agua regia. La solución resultante es comparada con soluciones de paladio estándar conteniendo cantidades equivalentes de ácido y buffers espectroscópicos.

#### **E.4 Cálculo de resultados.**

- Si la masa final de la muestra contiene solamente paladio, calcular el contenido de paladio  $W_{Pd}$  en partes por millar (‰) usando la fórmula:

$$W_{Pd} = \frac{m_3 + m_2}{m_1} \times 10^3 \text{ Ec. (E.1)}$$

Donde:

- $m_1$  es la masa, en miligramos de la muestra, etapa E.3.1 del procedimiento.
- $m_2$  es la masa, en miligramos, de paladio en la solución de los filtrados y lavados, etapa E.3.12.
- $m_3$  es la masa final, en miligramos, etapa E.3.10.

- Si la masa final pesada contiene otros elementos además del paladio, calcular el peso de paladio en partes por millar (‰) usando la fórmula:

$$W_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_x}{m_1} \times 10^3 \text{ Ec. (E.2)}$$

Donde:

$m_x$  es la masa total, en miligramos, de otros elementos, etapa E.3.11.

- Si los precipitados de cloruro de plata, insolubles, contienen paladio (etapa E.3.4), el contenido de paladio  $W_{Pd}$ , en partes por millar (‰) es corregido por la masa de paladio, usando la fórmula:

$$W_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_x + m_y}{m_1} \times 10^3 \text{ Ec. (E.3)}$$

Donde:

$m_y$  es la masa, en miligramos de paladio en el cloruro de plata.

#### **E.5 Repetibilidad.**

Los resultados de determinaciones duplicadas no deben variar en más de 5 partes por millar (‰) de paladio. Si la variación es mayor, el ensayo debe repetirse.

### **Apéndice F**

#### **(Normativo)**

#### **Determinación de platino en joyería: Método gravimétrico después de la precipitación de hexacloroplatinato de diamonio.**

##### **F.1 Requerimiento de equipo e insumos principales.**

###### **F.1.1 Reactivos grado analítico**

- Ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente 30 % a 37% fracción masa.
- Ácido clorhídrico diluido (HCl), 18 % fracción masa.
- Ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>), aproximadamente 65 % a 69 % fracción masa de HNO<sub>3</sub>.
- Solución de cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl), solución saturada fría.
- Gas reductor, hidrógeno o mezcla hidrógeno/nitrógeno.
- Gas inerte a presión, dióxido de carbono o nitrógeno.
- Agua regia, 3 partes en volumen de HCl (30 %-37%) por una parte en volumen de HNO<sub>3</sub> (65 %-69 %).
- Utilizar agua destilada o bien desionizada.

###### **F.1.2 Equipamiento principal.**

- Aparato de reducción, mostrado en el anexo A de la norma ISO 11210:2014 que consiste en un crisol con tapa con entrada para gases y un mechero de gas.
- Espectrómetro de absorción atómica (AAS) o espectrómetro de emisión óptica con inducción de plasma acoplado (ICP-OES), para determinar trazas de metales.
- Mufla, capaz de alcanzar temperaturas al menos de 1 000 °C.
- Papel filtro libre de cenizas, capaz de retener partículas de 3 µm.

- Balanza analítica, con una resolución mínima de 0.01 mg.

## F.2 Muestreo.

La pieza es dividida de 4 a 8 partes iguales. De cada parte se toma una sección y se colecta hasta tener una muestra representativa homogénea de aproximadamente 1 g.

- Esta muestra representativa homogénea es posteriormente fundida.
- Una vez fundida, se enfría con agua potable.
- Una vez enfriada, se lamina en un laminador.
- La lámina resultante es cortada con pinzas de corte hasta obtener la muestra mínima requerida por el ensayo.

## F.3 Procedimiento.

**F.3.1 Caso 1.** Aleaciones de joyería de platino con contenido de iridio, rodio, rutenio o tungsteno menores al 5%.

**F.3.1.1** Pesar la muestra conteniendo aproximadamente de 250-300 mg de platino, con una exactitud de 0.01 mg, y transferirla a un vaso de precipitados de vidrio de 100 ml. Disolver la muestra en 20 ml de agua regia cubriendo el vaso de precipitados con un vidrio de reloj, mientras se calienta moderadamente la solución. Esta etapa también puede ser realizada bajo presión en un recipiente sellado.

Si existiera algún precipitado insoluble resultado del proceso anterior, éste debe ser filtrado y analizado químicamente para determinar su composición para realizar posibles correcciones finales.

**F.3.1.2** Evaporar la solución cinco veces, sin llegar a sequedad y sin exceder la temperatura de 90 °C, agregando cada vez, antes de cada ciclo de evaporación, alícuotas de 2 ml de HCl (30%-37%). Si se llega a exceder la temperatura de 90 °C, el platino puede ser reducido a Pt(II) o Pt(I), requiriéndose una etapa de reoxidación con 0.1 ml de HNO<sub>3</sub> (65 %-69%).

**F.3.1.3** Después de la última evaporación, disolver la sal de platino húmeda en 1 ml de ácido clorhídrico diluido (18%) y agregar 4 ml de agua destilada. Calentar a una temperatura de 85 ± 5 °C y agregar 40 ml de la solución saturada de cloruro de amonio. El platino entonces es precipitado (color amarillo) como (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[PtCl<sub>6</sub>]. La solución con el precipitado (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[PtCl<sub>6</sub>] es evaporada casi hasta sequedad, a 85 ± 5 °C, hasta que la producción de vapores de cloruro de hidrógeno haya cesado. Enfriar y agregar agua destilada suficiente (con agitación) para disolver los cristales de cloruro de amonio residuales.

**F.3.1.4** Filtrar el precipitado de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[PtCl<sub>6</sub>], usando un papel filtro libre de cenizas previamente humectado con la solución de cloruro de amonio. Lavar exhaustivamente el precipitado con la solución de cloruro de amonio. Limpiar el vaso de precipitados y el vidrio de reloj con otro papel filtro. Analizar la solución de los filtrados por platino residual por AAS o ICP-OES.

**F.3.1.5** El papel filtro que contiene el precipitado es doblado sobre el segundo papel filtro usado para limpiar, colocándolos en un crisol de porcelana y cubiertos con una delgada capa (2 mm) de cloruro de amonio. El crisol se coloca en otro crisol con tapa.

**F.3.1.6** Secar los contenidos de los crisoles en un horno programable, iniciando a una temperatura de 50 °C – 70 °C y posteriormente calentar hasta 340 °C, perdiéndose todo el cloruro de amonio en esta etapa. Posteriormente, carbonizar el residuo de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[PtCl<sub>6</sub>] junto con el papel filtro a una temperatura de 500 °C – 600 °C. Finalmente, remover la cubierta del crisol y calcinar la muestra en una mufla a una temperatura de 900 °C -1000 °C por un tiempo de 1 h a 3 h. El producto obtenido se le denomina esponja de platino.

**F.3.1.7** Pesar la esponja de platino obtenida del proceso.

**F.3.1.8** Analizar esta última esponja para determinar la presencia de elementos coprecipitados diferentes al platino: disolver la muestra en agua regia y analizar por AAS o ICP-OES.

En muestras que contengan paladio, iridio, rutenio, rodio o cobre en la esponja de platino, puede tener lugar una absorción considerable de oxígeno provocando la oxidación de la muestra durante la calcinación. Para evitar lo anterior, es necesario llevar a cabo la etapa de calcinación (etapa F.3.1.6) en una atmósfera con gas reductor, seguido por el enfriamiento de la muestra con atmósfera inerte o reductora.

**F.3.2 Caso II.** Aleaciones de joyería de platino con composición química mayor al 5 % de iridio, rodio o rutenio, o bien mayor al 0.5 % de oro.

**F.3.2.1** En ciertas ocasiones, derivado del procedimiento descrito en el caso 1, el platino puede precipitar como (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[PtCl<sub>4</sub>] y (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[PtCl<sub>6</sub>], acompañado de la coprecipitación de iridio, rodio y rutenio. Además, si el oro está presente en la aleación en más de 0.5 %, éste puede coprecipitar como (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[AuCl<sub>3</sub>] con el cloruro de amonio. El cobre también tiene una tendencia a precipitar en soluciones con alto contenido de cloruro de amonio.



**F.3.2.2** La presencia de estas impurezas en la esponja final de platino, puede ser identificada mediante su disolución en agua regia y su análisis por AAS o ICP-OES (etapa F.3.1.7 y F.3.1.8 del procedimiento del caso I), para aplicar las correcciones pertinentes en el cálculo del contenido de platino.

**F.3.2.3** Si la muestra contiene más de 0.5 % de oro, este debe ser separado de la muestra antes de la precipitación del platino (etapa F.3.1.3 del procedimiento del caso I), mediante una precipitación con dióxido de azufre en la solución de ácido clorhídrico. El gas de dióxido de azufre es alimentado a la solución hasta que ya no se produzcan precipitados de oro. Este precipitado es filtrado y pesado.

**F.3.2.4** Si la aleación de platino contiene más del 10 % de iridio o rodio, o más del 5% de rutenio, puede ser necesaria la disolución de la muestra en agua regia a presión en un recipiente sellado adecuado. El rutenio debe ser removido de la solución resultante, justo antes de la etapa de precipitación del platino, haciendo pasar cloro por la solución y filtrando el precipitado.

#### **F.4 Cálculo y expresión de resultados.**

Si la masa final pesada, esponja, contiene exclusivamente platino, calcular el contenido de platino en la aleación,  $W_{Pt}$ , en partes por millar usando la fórmula:

$$W_{Pt} = \frac{m_3 + m_2}{m_1} \times 10^3 \text{ Ec. (F.1)}$$

Donde:

$m_1$  es la masa, en miligramos de la muestra de aleación.

$m_2$  es la masa, en miligramos, de platino en la solución proveniente de los filtrados.

$m_3$  es la masa final, en miligramos, de la esponja de platino.

Si la masa final pesada contiene otros elementos, calcular el contenido de platino,  $W_{Pd}$ , en partes por millar (‰), usando la siguiente fórmula:

$$W_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_x}{m_1} \times 10^3 \text{ Ec. (F.2)}$$

Donde:

$m_x$  es la masa total de otros elementos contenidos en la esponja de platino, en miligramos.

#### **F.5 Repetibilidad.**

Los resultados de determinaciones duplicadas no deben variar en más de 3 partes por millar (‰) de platino. Si la variación es mayor, el ensayo debe repetirse.

### **Apéndice G**

#### **(Normativo)**

#### **Determinación del espesor y composición química de recubrimientos en artículos de joyería mediante microscopía electrónica de barrido**

##### **G.1 Principio**

Una muestra de prueba con el recubrimiento de interés, es preparado metalográficamente sobre una sección transversal, para su análisis metalográfico mediante microscopía de barrido con electrones (MBE). La medición es realizada sobre una micrografía convencional o sobre una fotografía de la forma de la señal de onda para un barrido simple de la sección transversal del recubrimiento.

Así mismo es necesario la correcta identificación de todos los elementos presentes tanto en forma cualitativa como cuantitativa en la muestra, expresado en % de fracción en masa, para lo cual se considera el uso de la técnica de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDEX), donde se debe utilizar para la calibración analítica del espectrómetro, materiales de referencia certificados.

##### **G.2 Instrumentación.**

###### **G.2.1 Microscopio de barrido de electrones.**

El microscopio de barrido con electrones (MBE) deberá tener una capacidad de resolución de 50nm o mejor. Comercialmente ya existen equipos disponibles con estas capacidades.

###### **G.2.2 Factores que tienen influencia en los resultados de la medición.**

Los siguientes factores pueden tener afectación, en la exactitud de la medición del espesor del recubrimiento.

###### **G.2.3 Superficie rugosa**

Si el recubrimiento o el sustrato son rugosos respecto al espesor del recubrimiento, el límite entre las intercaras de la sección transversal puede ser también irregular, de tal modo que limita el poder realizar una medición exacta del espesor promedio en el campo visual.

#### **G.2.4 Inclinación de la sección transversal**

Si el plano de la sección transversal no es perpendicular al plano del recubrimiento, la medición del espesor será mayor que el espesor verdadero. Por ejemplo, una inclinación de 10° respecto a la perpendicular contribuirá con 1.5% al error.

#### **G.2.5 Inclinación de la muestra**

Cualquier inclinación de la muestra (el plano de la sección transversal), con respecto al haz de electrones del microscopio electrónico de barrido puede resultar en una medición incorrecta.

**Nota.-** Si la inclinación del espécimen de prueba es diferente de aquel usado para la calibración el resultado puede ser inexacto.

#### **G.2.6 Deformación del recubrimiento**

La deformación perjudicial del recubrimiento puede ser causada por la temperatura excesiva o la presión durante el montaje y preparación de la sección transversal de recubrimientos suaves o recubrimientos que pueden fundirse a bajas temperaturas, y por una excesiva abrasión de materiales frágiles durante la preparación de la sección transversal.

#### **G.2.7 Bordes redondeados en el recubrimiento**

Si el borde del recubrimiento en la sección transversal está redondeado, tal que el recubrimiento no es completamente plano hasta el final de los bordes, el espesor observado puede diferir del espesor verdadero. El borde redondeado puede ser causado por un montaje, desbaste, pulido o ataque químico inapropiado.

#### **G.2.8 Capa de película metálica**

La capa de película metálica formada sobre la muestra de prueba sirve para proteger los bordes del recubrimiento de interés durante la preparación de la sección transversal y así prevenir una medición inexacta.

Se debe procurar no eliminar material del recubrimiento de interés durante la preparación de la superficie previo a formar la capa de película metálica, puesto que puede ocasionar una medición baja de espesor.

#### **G.2.9 Ataque químico**

El ataque químico óptimo producirá claramente una delgada línea oscura en la intercara entre dos metales. Una línea ancha o pobremente definida resultará en una medición inexacta.

#### **G.2.10 Manchas**

El pulido incorrecto puede manchar el metal que oscurecerá la frontera real entre los dos metales lo que dará lugar a mediciones inexactas. Esto suele pasar con metales suaves (baja dureza) tales como plomo, indio y oro. Para ayudar a identificar si existe o no una mancha, se tiene que repetir el pulido, el ataque químico, y realizar varias veces las mediciones del espesor. Cualquier variación significativa en las lecturas es un indicador de que posiblemente se esté analizando donde hay una mancha.

#### **G.2.11 Pobre contraste**

El contraste visual en un MBE será pobre entre metales con un número atómico cercano. Por ejemplo, recubrimientos de níquel brillante y el níquel semibrillante serán difíciles de discriminar a menos que la frontera común sea expuesta lo suficiente por un apropiado ataque químico y usando la técnica de MBE. Para algunas combinaciones de metales, puede ser de ayuda usar la técnica de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDEX), obteniendo las imágenes mediante la técnica de electrones retrodispersados.

#### **G.2.12 Amplificación**

Para un espesor de un recubrimiento dado, los errores de medición tienden a incrementarse con la disminución de la amplificación. Si es práctico, la magnificación deberá seleccionarse de tal modo que el campo de visión esté entre 1.5 y 3 veces el espesor del recubrimiento.

La lectura de salida de la amplificación del MBE frecuentemente difiere de la amplificación verdadera en cerca de un 5% y referido para algunos instrumentos se ha encontrado que varía hasta en un 25% a través

del campo de observación. Los errores en la amplificación se minimizan con el uso apropiado de una escala de referencia (material de referencia certificado).

### **G.2.13 Uniformidad de la amplificación**

Debido a que la amplificación puede no ser uniforme sobre el campo completo de observación, pueden ocurrir errores si la calibración y la medición no se realizan sobre la misma porción del campo de observación, de tal modo que estos serán significativos.

La amplificación en un MBE puede derivar con el tiempo. Este efecto es minimizado colocando la escala de referencia (material de referencia certificado), y la muestra de prueba, una al lado de la otra en el MBE de tal modo que se tenga un tiempo corto de transferencia.

Un cambio en la amplificación ocurre cuando se realizan ajustes de enfoque y otros controles electrónicos del MBE, por ejemplo, la rotación de barrido, controles de voltaje y de contraste.

Tales cambios se pueden prevenir, no usando los controles de enfoque u otros controles electrónicos del MBE después de tomar imágenes de la escala de referencia, excepto para enfocar usando los controles de posición x, y, y z, para llevar la superficie del espécimen a la posición de enfoque del haz de electrones del MBE.

### **G.3 Preparación de la muestra**

Prepare los especímenes de prueba de la siguiente manera:

- a) La sección transversal es perpendicular al plano del recubrimiento.
- b) La superficie es plana y la imagen del espesor completo debe ser simultáneamente enfocado a la amplificación a la cual se realizará la medición.
- c) Se debe remover todo material deformado debido al corte de la sección transversal.
- d) Las fronteras del recubrimiento de la sección transversal deben ser claramente definidas por no más que el contraste por apariencia, o por una delgada línea bien definida.
- e) Si la forma de la señal de onda es medida, el trazo de la señal debe ser plana excepto a través de las dos fronteras del recubrimiento.

### **G.4 Calibración del instrumento**

#### **G.4.1 General**

Antes de usar, cada instrumento debe ser calibrado en escala, con un material de referencia certificado, tomando fotografías bajo las mismas condiciones a las cuales será medida la muestra.

Se debe poner la apropiada atención a los factores referentes a la preparación de la muestra y a los límites de incertidumbre. La estabilidad de la calibración deberá verificarse en intervalos de tiempo específicos de manera periódica.

#### **G.4.2 Fotografía**

La fotografía de la imagen de la escala de referencia debe realizarse usando como mínimo una relación señal ruido de 2:1 con suficiente contraste de imagen para mediciones posteriores.

#### **G.4.3 Medición**

La medición de la distancia debe ser de centro a centro entre líneas en la imagen fotografiada al 0.1mm más cercano.

Realice la medición al menos tres veces en diferentes regiones con una separación de 3mm sobre la fotografía para determinar el promedio en el espaciado.

#### **G.4.4 Cálculo del aumento**

Calcule el aumento de la fotografía dividiendo el promedio de las mediciones entre las líneas seleccionadas del material de referencia certificado, por el valor de la distancia certificada entre las líneas como sigue:

$$\gamma = \frac{l_m}{l_c} \times 1000 \quad \text{Ec (G.1)}$$

Donde:

$\gamma$ : es el aumento

$l_m$ : es la distancia medida, en milímetros sobre la micrografía digital (promedio de mediciones)

$l_c$ : es la distancia certificada, en micrómetros.

Las mediciones a realizar deberán hacerse de tal modo que se realicen sobre la imagen digital, en términos de distancia expresada en pixeles los cuales a su vez permiten la conversión a unidades de milímetros (mm) y micrómetros ( $\mu\text{m}$ ). Para mayor detalle refiérase a la norma ISO 16700:2016.

### **G.5 Procedimiento**

Cada instrumento debe ser operado de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Debe darse una apropiada atención a la preparación y requerimientos de la muestra.

Obtenga una micrografía del espécimen de prueba bajo las mismas condiciones y configuración instrumental que se usaron para la calibración y haga una apropiada medición de la micrografía de imagen. Mantenga una serie de pasos consistentes en su medición.

#### **G.5.1 Micrografía convencional**

Obtenga una micrografía convencional mediante MEB, tanto de la retícula como del espécimen de prueba cuando las fronteras del recubrimiento se definan claramente.

Debe realizarse la medición en las micrografías.

#### **G.5.2 Forma de la señal de onda**

Tomar una fotografía de la forma de la señal de onda correspondiente al barrido a través de la sección transversal del recubrimiento y de la escala de referencia (material de referencia certificado), del microscopio electrónico de barrido.

Para medir el recubrimiento, la medición de la distancia horizontal debe realizarse entre los puntos de inflexión de las porciones verticales del barrido correspondientes a las fronteras del recubrimiento. Realice las mediciones al 0.1 mm más cercano.

Calcule el espesor a partir de la siguiente ecuación

$$d = \frac{l_m}{\gamma} \times 1000 \quad \text{Ec. (G.2)}$$

Donde:

$d$  es el espesor del recubrimiento, expresado en micrómetros.

$l_m$  es la distancia lineal, expresada en milímetro, sobre la micrografía.

$\gamma$  es el factor de la magnificación.

### **G.6 Estimación de la incertidumbre**

El instrumento, su calibración y su operación deberán ser tal que la incertidumbre en las mediciones del espesor del recubrimiento sea menor al 10% o 0.1 $\mu\text{m}$ .

### **G.7 Expresión de resultados**

Los resultados se expresarán en micrómetros al 0.01 $\mu\text{m}$  más cercano, pero con tres dígitos si es mayor que 1 $\mu\text{m}$ .

### **G.8 Composición química mediante microanálisis por espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDEX)**

La correcta identificación de todos los elementos presentes en la muestra es una parte necesaria del análisis cuantitativo. Este enfoque, es aplicable al análisis cuantitativo de rutina, de fracciones en masa de hasta el 1%, utilizando materiales de referencia certificados. Puede usarse con confianza para elementos con número atómico  $Z > 10$ . En el análisis cuantitativo en puntos o áreas específicas de una muestra, utilizando espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDEX), acoplado a un microscopio de barrido con

electrones (MBE), o a una microsonda electrónica de barrido (MSEB), se requiere de una expresión de cantidad de sustancia, es decir en términos de porcentaje (fracción de masa), ya que las cantidades grandes/pequeñas o mayores/menores se consideran cuantitativas.

Teniendo el suficiente cuidado, las fracciones en masa tan bajas como 0,1% se pueden medir cuando no hay superposición de picos y la línea característica relevante está fuertemente excitada que se aplica principalmente a los análisis cuantitativos en una superficie plana de muestra pulida. Los procedimientos básicos también son aplicables al análisis de muestras que no tienen una superficie pulida, pero se introducirán componentes de incertidumbre adicionales.

#### **G.9 Preparación de la muestra.**

La preparación de la muestra involucra el mismo procedimiento considerado para medir el espesor del recubrimiento.

Adicionalmente el espécimen deberá cumplir con los siguientes requisitos:

Debe tener una buena conductividad eléctrica para evitar la formación de carga estática por la irradiación del haz de electrones. El espécimen debe estar conectado a tierra incluso si se prepara un montaje con resina conductora.

El espécimen preparado deberá ser posicionado en la platina del microscopio de tal forma, que, para la mayoría del trabajo, la superficie de la muestra permanezca normal al haz de electrones incidente.

Los materiales de referencia certificados deberán cumplir con los requerimientos de la norma ISO 14595:2014.

- a) heterogeneidad: no deberá ser mayor del 1%
- b) estabilidad general: resistencia del espécimen a los cambios químicos y físicos durante periodos largos de almacenaje bajo condiciones de temperatura y presiones normales.
- c) estabilidad bajo análisis: resistencia de los materiales a cambios en la composición química durante el bombardeo de electrones, por ejemplo, resistencia a cambios en la intensidad de corriente, voltaje, características físicas relevantes de la energía de los rayos X observados, durante el tiempo en que el espécimen es expuesto al haz de electrones.
- d) incertidumbre: el material de referencia certificado seleccionado deberá tener una incertidumbre tal que el equipo que se use para realizar las mediciones, tenga la capacidad o el alcance de medición de ese valor de referencia.

Adicionalmente deberán prepararse en forma similar que el espécimen, es decir el pulido, recubrimiento conductor si fuera necesario y posicionado en la misma orientación relativa al haz de electrones.

#### **G.10 Precauciones preliminares**

Con un haz de electrones y un nivel de vacío adecuados, deberá realizarse una revisión preliminar para asegurar la estabilidad del haz (mejor que 1% en la variación expresado en cuentas, usando para ello un material de referencia o midiendo el haz de corriente usando una copa de Faraday), y la estabilidad del desempeño del detector deberá realizarse previamente a la calibración y procedimientos de análisis. La estabilidad del detector deberá monitorearse por la medición de la resolución del detector y calibración de energía (ISO 15632:2012).

La escala de energía del detector debe verificarse usando las posiciones de línea de dos picos, uno a baja energía por ejemplo el aluminio (Al  $K\alpha$  en 1.486 keV), y el otro a una alta energía por ejemplo el cobre (Cu  $K\alpha$ , a 8.040 keV). Ya existen materiales de referencia individuales para este propósito. Alternativamente los picos  $K\alpha$  de dos elementos tales como Al y Cu presentes en el mismo material de referencia pueden colectarse en el mismo espectro obtenido.

#### **G.11 Procedimiento de análisis.**

El filamento debe saturarse el tiempo suficiente que permita alcanzar una adecuada estabilidad, por ejemplo, mejor que el 1% arriba de la duración anticipada del análisis. Debe seleccionarse un voltaje de aceleración, típicamente entre 10 kV y 25 kV que cumpla con uno o más de los siguientes criterios.

- a) Para una eficiente excitación y buena intensidad de pico, es deseable un sobrevoltaje de al menos 1.8. Así, cuando utilice líneas de alta energía del orden de 8 keV a 10 keV, se recomienda un voltaje de aceleración de al menos 20 Kv.
- b) Para análisis de baja energía por ejemplo de 1 keV a 3 keV, lo deseable es minimizar la magnitud de la corrección de absorción y los posibles errores que surjan del mismo, debido a los bajos voltajes de operación usados para el haz de electrones.

c) Para exactitud de análisis, es esencial que el volumen analizado, esté completamente contenido dentro de la característica bajo examen durante el periodo de análisis, tales características pueden ser materiales con recubrimientos, pequeñas inclusiones, áreas cercanas a una intercara. Los métodos para estimar la influencia del voltaje de aceleración en el análisis de área y análisis de profundidad son dados en la norma ISO 14594:2014, tal que permite seleccionar el voltaje de aceleración más adecuado.

#### G.12 Método para estimar el área de análisis ISO 14594:2014.

Existen una variedad de métodos que aproximan el área de análisis donde los electrones tendrán la suficiente energía para excitar las líneas de rayos X de interés. Estos métodos pueden ser usados para estimar el área de análisis; para tal caso a continuación se debe usar el método basado en el modelo de difusión para la penetración de electrones. Para mayor detalle sobre otros métodos consultar la norma ISO 14594:2014.

$$A = \pi \left(\frac{d}{2}\right)^2 \quad \text{Ec (G.3)}$$

Donde  $d$  es el diámetro de análisis de área calculado o estimado experimentalmente.

Calcule el área de análisis después de determinar el diámetro del análisis de área aplicando la ecuación 1.4, y de la ecuación 1.6 con una constante igual a 0.025.

$$d = D_e + \frac{2.2\gamma}{1+\gamma} x Z_m \quad \text{Ec (G.4)}$$

Donde:

$$\gamma = 0.187Z^{2/3} \quad \text{Ec (G.5)}$$

$$Z_m = 0.025(E_i^{1.7} - E_k^{1.7})x \frac{m_a}{\rho Z} \quad \text{Ec (6.6)}$$

- $d$  es el diámetro de análisis de área en micrómetros.
- $D_e$  es el diámetro del haz de electrones primario, en micrómetros.
- $Z_m$  es la profundidad de generación de rayos X, en micrómetros.
- $Z$  es número atómico promedio de un punto bombardeado.
- $E_i$  es la energía de los electrones incidentes, en kilo-electron volts.
- $E_k$  es la energía de excitación crítica, en kilo-electron volts.
- $m_a$  es la masa atómica promedio del punto bombardeado.
- $\rho$  es la densidad de masa de un punto bombardeado, en gramos por centímetro.

El haz de corriente debe fijarse a un valor lo suficientemente grande como para permitir una adecuada velocidad de conteo para el espectro completo del espécimen, pero no tan grande como para introducir distorsión o suma de picos en el espectro de materiales de elementos puros.

Al analizar los materiales de referencia, estos deben ser posicionados en relación al haz de electrones, exactamente en la misma forma que el espécimen. Los espectros deben ser colectados del espécimen y de los materiales de referencia usando las mismas condiciones de análisis, con al menos un material de referencia siendo analizado al comienzo y al final de cada prueba, con la finalidad de confirmar la estabilidad del haz y de los parámetros del sistema, por ejemplo, línea base, ganancia de deriva, resolución y haz de corriente.

#### G.13 Reducción de datos

La información contenida en los espectros del espécimen consiste de picos provenientes de los rayos X característicos de los elementos presentes en el volumen analizado del espécimen. Aunque la intensidad de los picos es relacionada a la cantidad de elementos presentes en el espécimen, la intensidad relativa de los picos de varios elementos no debe tomarse como la representación relativa de las concentraciones de los elementos.

#### G.14 Identificación de los picos

La identificación de los picos en un espectro debe determinarse, teniendo en cuenta la posibilidad de que se dé el solapamiento de picos.

El fabricante del equipo puede proporcionar el software para la identificación automática de picos, y en algunos casos el software puede tratar con el solapamiento de picos.

Alternativamente se puede llevar a cabo la identificación de picos de manera manual de una manera sistemática comenzando con el pico más intenso. El operador debe confirmar la identificación de todos los elementos con referencia a datos de intensidad de picos publicados, relacionado a las energías e intensidades relativas de las líneas dentro de las cuales se observan las series K, L o M. Una intensidad de pico incorrecto o irregularidad en la forma del pico, puede indicar la presencia de un elemento que interfiere y debe ser investigado. Todos los picos observados en el espectro deben tomarse en cuenta, incluyendo la posible apariencia de los picos de escape de la suma de picos que pueda ocurrir cuando se usan altas velocidades de conteo.

#### **G.15 Uso de materiales de referencia.**

Para microanálisis cuantitativos por rayos X, los materiales de referencia deberán ser certificados. Sin embargo, pueden usarse materiales de referencia con composición cercana a la del espécimen, de dos formas:

- a) puede incluirse un espécimen de dicho material para cada conjunto de análisis para verificar que los resultados obtenidos son satisfactorios y proveer información sobre la incertidumbre asociada con el análisis.
- b) puede ser aceptable una comparación directa entre la intensidad de los picos observados en el espécimen y el material de referencia para obtener un estimado de la composición del espécimen. Esto puede ser una aproximación óptima si no se encuentran disponibles los materiales de referencia elementales adecuados.

Deben ser las mismas condiciones de operación bajo las cuales el espécimen y el material de referencia son analizados.

#### **G.16 Incertidumbre**

El instrumento, su calibración y su operación deberán ser tal que la incertidumbre en las mediciones de la composición química sea menor al 5%.

### **Apéndice H (Normativo)**

#### **Determinación de espesores y composición química de recubrimientos por fluorescencia de rayos X en piezas de joyería.**

##### **H.1 Principio**

En la fluorescencia de rayos X se utilizan rayos X para radiar la superficie de la muestra y como respuesta se emiten radiaciones secundarias de la interacción de los rayos X con el recubrimiento y el sustrato. Estas radiaciones secundarias o de fluorescencia, son las que se miden en este método.

Las emisiones medidas son específicas para cada metal, por lo que la composición de aleación puede ser determinada haciendo uso de estándares y una calibración analítica adecuada del equipo. Con este método también pueden ser medidos los recubrimientos intermedios existentes en un sistema multicapas.

##### **H.2 Requerimientos de Equipamiento e Insumos Principales:**

**H.2.1** Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos X de dispersión de energía, de preferencia diseñado específicamente para la determinación de espesores de recubrimiento y composición química en artículos de joyería con las siguientes características:

- Tubo de rayos X de W-Mo o Rh que posea mini o micro-spots de análisis (micro-FRX).

- Tensión de aceleración de 50 kV.
- Filtro primario (de aluminio (Al) es recomendado para platino (Pt) si se utiliza un tubo de rayos X de tungsteno (W).
- Equipado con cámara que permita la magnificación de la imagen del área de medición.
- Con al menos dos colimadores, de diferente dimensión de spot circular.
- Resolución espectral  $\leq 180$  keV.
- Detector: Si-PIN, SDD.

Nota: Para el caso de equipos con otras características a las enlistadas, el método de análisis debe ser validado adecuadamente para garantizar el cumplimiento de los requerimientos, por lo que las características enlistadas no son limitativas.

### **H.2.2 Materiales de referencia para la calibración analítica del equipo.**

**a)** Evaluación dimensional del recubrimiento.-Se requieren materiales de referencia, preferentemente certificados, en su espesor y en su composición química, tanto del recubrimiento como del material base. La composición química de las aleaciones del recubrimiento y el sustrato de los materiales de referencia, deben ser similares a aquellas de los especímenes a analizar. Para la evaluación del espesor, los materiales de referencia a utilizar para la calibración deben incluir un patrón del material con espesor igual o mayor que el espesor de saturación, un patrón del sustrato sin recubrimiento, así como patrones de espesores preferentemente similares a los espesores de los especímenes a analizar, evitando el uso de extrapolación en todo caso.

**b)** Evaluación de la composición química.-Para realizar la calibración analítica, se requieren materiales de referencia, certificados preferentemente, con diferentes composiciones químicas expresados en unidades de masa, las expresiones de milésimas o kilates de la aleación de interés deberán estar señaladas en el punto correspondiente del certificado, y deben cubrir completamente el intervalo de composición química de los especímenes a analizar. Es muy recomendable que el material de referencia, preferentemente certificado, a utilizar tenga una composición química similar a la del sustrato utilizado en las piezas recubiertas. Para el análisis químico por FRX, los materiales de referencia deben poseer un espesor de recubrimiento (preferentemente certificado) así como incertidumbre definida. La extrapolación de valores, a partir de la curva de calibración, no es correcta y debe evitarse.

Los materiales de referencia certificados empleados para la determinación de la composición química por FRX, aseguran por sí mismos, ser homogéneos, microestructural y químicamente, de la misma naturaleza de las aleaciones a analizar.

El material de referencia solo puede utilizarse si proporciona una tasa de conteo normalizada entre 0,05 y 0,9.

**c)** Los requisitos principales de los materiales de referencia son:

- Los materiales de referencia utilizados para la creación de la curva de calibración del equipo para la medición del espesor, deben estar preferentemente certificados en espesor y/o masa por unidad de área, además preferentemente certificados en densidad y composición química. Los materiales de referencia deben tener definida su incertidumbre asociada. Para el caso de la densidad, el certificado del material de referencia debe reportar el valor de la densidad determinado del material de recubrimiento, así como su incertidumbre, o bien el valor de la densidad supuesto para este material del recubrimiento. Cualquier diferencia de densidad debe ser compensada en la medición final como se especifica en la sección H.7.3.
- Recubrimiento uniforme en masa por unidad de área o espesor. El recubrimiento, en cualquier zona de análisis no debe presentar una desviación estándar del valor especificado del espesor mayor a  $\pm 5\%$ , midiendo el espesor al menos en 5 posiciones diferentes de la pieza (réplica por triplicado). El espesor del material de referencia debe estar validado, por el método primario de microscopía electrónica de barrido.
- Recubrimiento uniforme en su composición química. La composición química deberá ser uniforme a lo largo de la pieza, de tal forma que la desviación estándar obtenida de la medición



por FRX en 5 posiciones diferentes (replica por triplicado) para cada material de referencia de calibración no exceda 3‰ para el elemento de mayor interés (fineza), y preferentemente también para el material base. Para el caso del sustrato, el laboratorio de ensayo debe tener definida la composición química del sustrato, incertidumbre, así como su homogeneidad química a lo largo de la pieza, principalmente para identificar aquellos elementos químicos que puedan interferir en el proceso de medición.

- Para el caso del material base y recubrimiento, los materiales de referencia, deben tener los mismos materiales que el espécimen a analizar, aunque bajo ciertas condiciones de medición pueden existir excepciones\*.
- Para los materiales de referencia especificados en unidades de espesor, estos serán utilizados para recubrimientos de la misma composición química o similar.
- Preferentemente, se recomienda que los materiales de referencia a utilizar en la caracterización de artículos de joyería, puedan provenir de un proceso de manufactura similar que el de las piezas de análisis, para disminuir los efectos de variables tales como rugosidad, densidad, porosidad, etc.

\* Es posible hacer excepciones, para el caso en el que esté demostrado, por estudios de validación, que el cambio en las condiciones de los materiales utilizados no afecta los resultados para el sistema de medición usado.

### **H.2.3 Materiales de referencia para la verificación del método de calibración del equipo.**

Para la verificación del método de calibración del equipo es necesario contar con materiales de referencia certificados:

- Para el caso del espesor, la verificación del método debe llevarse a cabo utilizando materiales de referencia certificados con las características anteriormente listadas. Se deben tener por lo menos dos materiales de referencia con diferente espesor certificado que se encuentren dentro del rango de los espesores de la calibración. A su vez, debe contarse también con al menos un material de referencia, preferentemente certificado, con espesor igual o mayor al espesor de saturación.
- Para la verificación del método de calibración analítica en composición química, es necesario contar con un material de referencia certificado, en composición química para cada concentración nominal de fineza de las muestras a analizar, con las características geométricas anteriormente listadas, además de poseer espesor certificado. El material de referencia certificado debe estar certificado en su composición química. El recubrimiento y sustrato del material de referencia certificado debe ser similar a las aleaciones de las muestras a analizar.

## **H.3 Calibración de medición lineal y calibración analítica.**

**H.3.1** La operación general del equipo, por ejemplo, encendido, apagado, etc., debe llevarse a cabo de acuerdo a lo especificado por el manual del fabricante.

**H.3.2** La calibración de medición lineal y la calibración analítica deben llevarse a cabo siguiendo las instrucciones del fabricante, usando materiales de referencia, preferentemente certificados, que cumplan las especificaciones descritas en la presente Norma Oficial Mexicana. La calibración debe llevarse a cabo para cada uno de los diferentes sistemas en particular a analizar, ya sea para la determinación del espesor como de la composición química.

### **H.3.2.1 Método de medición de Fluorescencia de Rayos X (FRX).**

- Medición del espesor. La medición del espesor por FRX implica la selección de una(s) banda(s) de energía(s) característica(s) del material del recubrimiento o del sustrato. En el método de emisión, se mide la intensidad de la radiación característica del recubrimiento, incrementando la intensidad con el aumento del espesor hasta el espesor de saturación. En el método de absorción, la intensidad que se mide es la correspondiente a la radiación característica del sustrato, disminuyendo la intensidad con el incremento del espesor del recubrimiento. En el método proporcional es posible combinar la absorción y la emisión de rayos X cuando los espesores se expresan como el cociente entre intensidades del material de sustrato o base y

del recubrimiento. En este método, las mediciones son independientes de la distancia entre el detector y la muestra. Para propósitos del presente documento, solo debe usarse cuando no sea posible enfocar la muestra. En todos los casos el uso de materiales de referencia, preferentemente certificados, en espesor como composición química es obligatorio.

- Método de medición de la composición química. Para el caso de la medición de la composición química del recubrimiento, el método recomendable es el de emisión, para lo cual resulta indispensable conocer con exactitud la composición química del sustrato o material base, principalmente para aquellos casos donde exista una penetración de los Rayos X a través del recubrimiento en la pieza, de tal forma que también se detecten lecturas instrumentales del sustrato. La determinación de la composición química se basa en la medición de la intensidad de las señales instrumentales correspondientes a los elementos químicos presentes en el recubrimiento asociándose con la curva de calibración definida para el sistema particular.

**H.3.3** Para la calibración, cada material de referencia, preferentemente certificado, debe ser medido en 5 posiciones diferentes, un mínimo de 5 veces en cada posición. La desviación estándar obtenida para las mediciones de composición química de cada material de referencia no debe exceder 3 ‰ para el elemento de mayor interés. La desviación estándar obtenida para el espesor no debe ser mayor al 5%.

**H.3.4** En caso de que se presenten interferencias en el análisis de fluorescencia de rayos X, entre los elementos presentes en la aleación, se deben aplicar las correcciones pertinentes.

**H.3.4** El análisis de los materiales de referencia para la calibración y de las muestras debe llevarse a cabo en las mismas condiciones, es decir, utilizando la misma dimensión del spot, voltaje y corriente. El tiempo de análisis para cada réplica no debe exceder el tiempo de análisis usado en la calibración. Debe utilizarse la dimensión de spot más grande posible, compatible con las características de la muestra a analizar.

**H.3.5** La calibración debe llevarse a cabo utilizando materiales de referencia, preferentemente certificados, que cubran completamente el rango del espesor de la muestra a medir, así como la composición química, evitando el uso de la extrapolación y seleccionando los parámetros óptimos de medición, como el tiempo de medición, de tal forma que la incertidumbre de la medición sea lo mínima posible.

#### **H.4 Verificación de la calibración.**

- Para llevar a cabo la verificación de la calibración, se deben utilizar materiales de referencia certificados, con las características listadas en la sección H.2.3, dependiendo el caso de la aplicación: determinación dimensional del espesor o análisis químico (fineza de la aleación).
- El material de referencia certificado utilizado para la verificación de la calibración, preferentemente no debe haber sido utilizado para realizar la calibración del equipo.
- La calibración del instrumento deber ser revisada periódicamente, o antes de realizar una serie de mediciones, mediante la medición del espesor o la masa por unidad de área, y la composición química, de los materiales de referencia certificados. En el caso de existir un cambio en el espesor o la composición medida, lo suficientemente grande para impedir el cumplimiento de los requerimientos de incertidumbre especificados en esta norma, recalibrar el instrumento.

#### **H.4.1 Composición química.**

- Los elementos mayores y menores de la muestra deben estar presentes en el material de referencia certificado. Para el elemento mayor la diferencia absoluta entre la concentración nominal de las muestras y la concentración del material de referencia no debe ser mayor a 10 ‰; para los elementos menores dicha diferencia absoluta no debe ser mayor a 20 ‰. Los elementos trazas pueden ser ignorados. Por lo tanto, se debe verificar la calibración con un material de referencia certificado para cada una de las concentraciones nominales (o finezas) a determinar.

- El material de referencia certificado debe ser analizado un mínimo de 5 veces en 5 diferentes posiciones; la desviación estándar de las mediciones no debe exceder 3 ‰ para el elemento mayor.
- La calibración es verificada mediante la comparación de la fineza medida para el material de referencia y su valor declarado certificado. La diferencia entre los dos valores no debe ser mayor que 5 ‰.
- Si la desviación estándar o la diferencia entre la fineza medida del material de referencia y su valor certificado exceden las tolerancias especificadas, la calibración debe repetirse.

#### **H.4.2 Espesor.**

- Para el caso de la verificación del espesor, el material de referencia certificado debe cumplir con los requerimientos de la presencia de los elementos químicos respecto a la muestra, así como las tolerancias en partes por millar señaladas para la composición química.
- Se deben tener por lo menos dos materiales de referencia certificados con diferente espesor certificado que se encuentren dentro del rango de espesores de la calibración.
- El material de referencia certificado debe ser analizado un mínimo de 5 veces en 5 posiciones diferentes; la desviación estándar no debe exceder 5%.
- La calibración es verificada mediante la comparación del espesor medido para el material de referencia y su valor declarado certificado. La diferencia entre los dos valores no debe ser mayor que 5 %.
- Si la desviación estándar o la diferencia entre el espesor medido del material de referencia y su valor certificado exceden las tolerancias especificadas, la calibración debe repetirse.

#### **H.5 Análisis de las muestras.**

**H.5.1** Muestreo. De acuerdo a las características actuales de los equipos de fluorescencia de Rayos X, con tamaños de spots de análisis de 1 mm o menores es posible medir las piezas directamente sin mayor preparación, siempre y cuando se conozca la composición química elemental del material base, así como la pieza dimensionalmente se ajuste a las restricciones del equipo para llevar a cabo la medición. En caso contrario, para equipos con tamaños de spots mayores a 1 mm, donde la superficie de la muestra a ser medida no sea perpendicular a la base del equipo de fluorescencia de rayos X o se presenten curvaturas contra el detector, es necesario implementar operaciones de corte en forma de cizallado realizado con pinzas de corte o con una cizalla.

**H.5.2** Preparación de la muestra. En todos los casos antes de medir la pieza en el equipo de fluorescencia de Rayos X es necesario limpiarla con alcohol, preferentemente isopropílico. Para aquellas piezas en las que sea necesario realizar cortes, éstos deberán realizarse en forma de cizallado con pinzas de corte o con una cizalla. El cizallado suele ser en frío dejando climatizar la muestra en el laboratorio a 20 +/-2 ° C durante al menos 2 horas. El objetivo del corte es obtener una sección rectangular de la muestra lo más cercano a las dimensiones del área de exposición del equipo. En los casos donde sea necesario llevar a cabo estas operaciones de cizallado, deben obtenerse por lo menos dos muestras de diferentes regiones del espécimen para su posterior análisis en el equipo de fluorescencia de Rayos X.

#### **H.5.3 Medición de la muestra.**

La primera etapa para la medición de especímenes es la definición de la propiedad a determinar, en este caso el espesor del recubrimiento o la composición química del mismo, ya que las rutinas de calibración, previamente realizadas, a utilizar para el post-procesamiento son diferentes.

**H.5.3.1** Análisis Preliminar. El análisis preliminar tiene un carácter de recomendación, consiste en realizar un análisis químico semi-cuantitativo al espécimen de análisis por fluorescencia de Rayos X, para determinar los elementos presentes en la pieza de análisis y por lo tanto

considerar las curvas de calibración a utilizar en el post-procesamiento de las señales adquiridas.

**H.5.3.2** Colimador o apertura. Para superficies planas, perpendiculares a la zona de análisis del equipo, seleccionar la apertura o colimador máximo disponible, que permita cumplir los requerimientos aquí descritos. En el caso de superficies curvas, donde la perpendicularidad de la superficie de la muestra respecto a la zona de análisis del equipo esté comprometida, seleccionar la apertura o colimador mínimo disponible, siendo lo recomendable tamaños de spots de 1 mm o menores, de tal forma, que la medición de la superficie curva pueda validarse como una medición de una superficie plana. Comprobar que la distancia entre el colimador y el espécimen de análisis permanece constante durante el análisis.

**H.5.3.3** Tiempo de medición. La incertidumbre final de la medición depende del tiempo de medición, por lo que es necesario seleccionar un tiempo suficientemente largo para producir una incertidumbre de medición aceptablemente pequeña (repetibilidad).

**H.5.3.4** Número de Mediciones.

- Para efectos de la presente norma se debe realizar el proceso de medición de la muestra 3 veces independientes (ciclos de medición), cada una comprendiendo la medición, por triplicado (réplicas), en al menos 3 zonas diferentes de la muestra cubriendo la pieza, en la medida de lo posible.
- La desviación estándar para composición química obtenida para cada conjunto de réplicas no debe exceder 5 ‰. A su vez, la desviación estándar para cada ciclo de medición no debe exceder 5 ‰.
- Para el cada del espesor la desviación estándar para cada conjunto de réplicas no debe ser mayor al 5%. A su vez, la desviación estándar para cada ciclo de medición no debe exceder 5 %.
- Dado que la incertidumbre de la medición es determinada parcialmente por el número de mediciones realizadas, un incremento en el número de mediciones reducirá la incertidumbre de la medición.

## **H.6 Expresión de resultados.**

**H.6.1.** La conversión de los valores de intensidad (conteos) a unidades de espesor o masa por unidad de área es realizada automáticamente en muchos de los dispositivos comerciales disponibles, en base a la curva de calibración realizada previamente. Los resultados estarán expresados para espesor en micrómetros ( $\mu\text{m}$ ), y los resultados de masa por unidad de área en miligramos por centímetro cuadrado. Para el caso de la composición química los resultados pueden estar expresados en partes por millar, porcentaje o bien quilates, este último principalmente en el caso del oro.

### **H.6.2 Incertidumbre de la medición.**

La calibración, operación del instrumento y medición de las muestras deben llevarse a cabo de tal forma que la incertidumbre de la medición sea:

- Para el caso de la determinación del espesor menor que el 10% (porcentaje) relativo.
- Para el caso de la composición química, la incertidumbre de la medición debe ser menor a 15‰ (partes por millar).

La incertidumbre de la medición depende de diversos factores como la naturaleza de los materiales de referencia utilizados, la exactitud de la curva de calibración, la repetibilidad de las mediciones, el tiempo de medición, el número de mediciones realizadas tanto para la calibración como para la medición de las muestras, así como el tamaño de la apertura o colimador seleccionado. Se recomienda seleccionar el mayor tamaño de colimador/apertura posible, para maximizar las señales del equipo, tomando en cuenta la geometría de la pieza.

## **H.7 Consideraciones generales.**

- H.7.1** Densidad del recubrimiento. El recubrimiento de los materiales de referencia certificados debe tener las mismas propiedades de emisión o absorción de rayos X que el material del recubrimiento a analizar. Las propiedades de absorción o emisión de los materiales del recubrimiento están relacionadas principalmente a la composición química y densidad del mismo.
- H.7.2** Geometría. Para el caso de curvatura en la región del recubrimiento a medir, es esencial tomar en cuenta los siguientes puntos:
- Seleccionar una apertura del colimador apropiada, para minimizar los efectos de la curvatura de la superficie, mediante el uso de una apertura más pequeña comparada con el radio de la curvatura de la superficie bajo análisis. Para este efecto se recomiendan tamaños de spot de análisis de 1 mm o menores.
  - Calibrar el sistema utilizando materiales de referencia, preferentemente certificados, que tengan la misma curvatura que el espécimen de análisis.
- H.7.3** Algunos de los factores que afectan los resultados de la medición son: los materiales de referencia utilizados, el rango de espesor del material, el tamaño del área de medición, la composición del recubrimiento (inclusiones, metales aleantes, porosidad, etc.), la densidad del recubrimiento, curvatura de la muestra, limpieza de la superficie, entre otras. Todos los factores que afectan la medición del recubrimiento por espectrometría de fluorescencia de rayos X son listados y descritos en la norma ISO 3497.

Particularmente, para los casos en los que la densidad del material de recubrimiento del material de referencia certificado difiera de la densidad del material del recubrimiento del espécimen analizado, aplicar la siguiente corrección:

$$d = d_m \times \frac{\rho_{MRC}}{\rho_{recub}} \quad \text{Ec. (H.1)}$$

Donde:

$d$  = espesor lineal corregido del recubrimiento, en micrómetros.

$d_m$  = espesor lineal del recubrimiento leído en el equipo de FRX, en micrómetros.

$\rho_{MRC}$  = densidad del recubrimiento del material de referencia certificado, en gramos por centímetro cúbico.

$\rho_{recub}$  = densidad del material de recubrimiento del espécimen de análisis, en gramos por centímetro cúbico.

### **Apéndice I (Normativo)**

#### **Determinación de paladio y platino en joyería de aleaciones de paladio y aleaciones de platino. Método de ICP-OES usando un elemento como material de referencia interno.**

##### **I.1 Principios**

La siguiente metodología describe un procedimiento analítico para la determinación de platino en aleaciones de platino, así como, en su caso para la determinación de paladio en aleaciones de paladio, con un contenido nominal de hasta 990‰.

La metodología propuesta para la determinación precisa del contenido de platino o paladio en la solución de la muestra resulta de la medición empleando el método de calibración lineal de dos puntos (denominado como bracketing), en el cual dos soluciones de calibración acotan lo más posible el valor aproximado del analito en la solución de la muestra.

El procedimiento aquí descrito puede ser utilizado por los sujetos obligados para la determinación cuantitativa de paladio o platino, de forma independiente, es decir, para la determinación de platino en aleaciones de platino, así como para la determinación de paladio en aleaciones de paladio, respectivamente.

Para mayor detalle, se recomienda consultar las metodologías y conceptos descritos en las siguientes normativas:

- a) ISO 11495:2019. Jewellery and precious metals – Determination of palladium in palladium alloys – ICP-OES method using an internal standard element.
- b) ISO 11494:2019 Jewellery and precious metals – Determination of platinum in platinum alloys – ICP-OES method using an internal standard element.

## **1.2 Requerimiento de equipamiento e insumos principales**

### **1.2.1 Reactivos**

Todos los reactivos utilizados deben ser de grado analítico y se debe utilizar agua destilada o agua de pureza equivalente.

1. Ácido clorhídrico (HCl), aproximadamente de 30% a 37% de fracción masa.
2. Ácido nítrico  $\text{HNO}_3$ , aproximadamente de 65 a 70% de fracción masa.
3. Platino y paladio de pureza mínima de 999.9%. Si se usa una pureza menor (por ejemplo 999.5%) será necesario aplicar las correcciones correspondientes.
4. Compuesto de itrio, como cloruro de itrio ( $\text{YCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) u óxido de itrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) de grado analítico.
5. Cobre de pureza mínima de 999.9%, libre de platino, según sea el caso. Sólo en caso de contenidos mayores al 5% de rutenio, iridio o tungsteno en aleaciones de platino. Para el caso del paladio no se requiere.
6. Ácido ortofosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), 85% en fracción masa. Sólo en caso de presencia de tungsteno en aleaciones de platino. Para el caso del paladio no se requiere.

### **1.2.2 Equipamiento**

- Material de laboratorio de uso cotidiano.
- ICP-OES, con capacidad de realizar mediciones simultáneas de la línea de emisión de paladio o platino y la línea de emisión del elemento usado como material de referencia interno con una resolución óptica mínima de 0.02 nm.
- Balanza analítica con una exactitud de lectura de 0.01 mg.

### **1.2.3 Muestreo**

La pieza es dividida de 4 a 8 partes iguales. De cada parte se toma una sección y se colecta hasta tener una muestra representativa homogénea de aproximadamente 1 g.

- Esta muestra representativa homogénea es posteriormente fundida.
- Una vez fundida, se enfría con agua potable.
- Una vez enfriada, se lamina en un laminador.
- La lámina resultante es cortada con pinzas de corte hasta obtener la muestra mínima requerida por el ensayo.

### **1.2.4 Procedimiento**

#### **1.2.4.1. Solución de estándar interno.**

Disolver aproximadamente 20 mg de  $\text{YCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en 200 ml de agua, posteriormente aforar hasta 1000 ml con agua. Alternativamente, preparar una solución para obtener una concentración de aproximadamente 6 mg/l de itrio. Debido a la sensibilidad del instrumento, la concentración puede cambiar para alcanzar un desempeño óptimo.

#### **1.2.4.2 Soluciones de calibración.**

La secuencia de calibración del método de calibración lineal de dos puntos (denominado como *bracketing*), necesita del uso de únicamente dos estándares, que corresponden a una solución de concentración más alta y concentración más baja que el contenido esperado de platino o paladio en la muestra. La concentración de estos dos estándares debe ser lo más cercana posible a la concentración de platino o paladio esperada.

La preparación de estas soluciones de calibración implica:

1. Pesar aproximadamente 45 mg, 55 mg, 65 mg, 75 mg, 82.5 mg, 87.5 mg, 92.5 mg, 97.5 mg y 100 mg de platino o paladio (según sea el caso), con una exactitud de 0.01 mg, cada una en un vaso de precipitados de vidrio.
2. Agregar 100 ml de HCl y 30 ml de  $\text{HNO}_3$  a la muestra en el vaso de precipitados; calentar moderadamente, cubriendo el vaso con un vidrio de reloj, hasta la completa disolución de la muestra. Continuar calentando para expulsar los óxidos de nitrógeno.
3. Transferir la solución a un matraz volumétrico de 1000 ml y agregar 100 g (con una exactitud de 0.01 g) de la solución de estándar interno preparada anteriormente.
4. Agregar 100 ml de HCl y aforar a 1000 ml con agua destilada. Mezclar vigorosamente.

En presencia de ciertos elementos como por ejemplo plata, puede ser necesario incrementar la concentración de HCl hasta un máximo de 500 ml. La concentración de ácido de las soluciones de calibración y las soluciones de la muestra deben ser consistentes.

#### 1.2.4.3 Soluciones de las muestras de análisis.

Pesar 100 mg de muestra con una exactitud de 0.01 mg en un vaso de precipitados de vidrio, disolver la muestra con HCl y HNO<sub>3</sub> y tratarla de la misma manera que las soluciones de calibración. La concentración de ácido de las soluciones de calibración y las soluciones de la muestra deben ser consistentes.

#### 1.2.4.4 Preparación de soluciones para aleaciones de platino que contienen rutenio, iridio o tungsteno.

Las aleaciones de platino con contenidos mayores del 5% de rutenio, iridio o tungsteno pueden requerir la disolución a presión (ajustando las cantidades de los ácidos de acuerdo a los equipos usados y las recomendaciones del fabricante del equipo de digestión) o involucrar una etapa de aleación preliminar en una proporción de diez veces con cobre libre de platino.

En presencia de tungsteno, se deben agregar 200 µl de ácido ortofosfórico.

Las soluciones de calibración y de las muestras deben ser consistentes.

#### 1.2.5 Mediciones

La unidad de procesamiento de datos del ICP-OES es utilizada para establecer un programa de medición en cual las líneas de emisión del platino o paladio, según sea el caso, y las del itrio usado como el elemento de material de referencia interno, puedan medirse simultáneamente. Preparar el instrumento de acuerdo con las instrucciones del proveedor y seleccionar las posiciones apropiadas para las correcciones del fondo (background). Debe utilizarse en todo este proceso una antorcha limpia, cámara de pulverización y tubos de toma de muestra; el plasma debe ser estabilizado antes del proceso de medición en base a las recomendaciones del proveedor del equipo.

El método de calibración lineal de dos puntos (denominado como *bracketing*), consiste en la corrida de soluciones de calibración (s.c.) y muestras, en la siguiente secuencia: s.c. de baja de concentración – muestra – s.c. alta concentración – muestra – s.c. baja concentración – muestra – s.c. alta concentración – muestra – s.c. baja concentración – muestra – s.c. alta concentración.

Cada solución deberá tener un tiempo mínimo de estabilización de 30 s, seguido por tiempos de integración mínimos de 10 s y un mínimo de 3 integraciones. La desviación estándar relativa no debe ser mayor que 0.3% después del cálculo final (fórmula I-1). La determinación exacta de la masa de platino o paladio, según sea el caso, en la solución de la muestra, se deriva de la medición de dos soluciones de calibración que acotan (*bracketing*) el valor de la concentración de la solución de la muestra (fórmula I-4).

Las líneas de emisión recomendadas para el platino son 265.945 nm, 214.424 nm, 299.796 nm o 306.471 nm; para el caso del paladio dichas líneas son 340.458 nm, 351.694 nm o 360.955 nm. En todos los casos, siempre deben de seleccionarse líneas de emisión que no presenten efectos de interferencias. Los resultados analíticos obtenidos con las líneas de emisión medidas deben ser comparados. Para el caso del itrio, las líneas de emisión recomendadas son 371.029 nm, 377.433 nm o 321.669 nm.

Para el caso del platino, la línea de emisión en 265.945 nm puede ser interferida por rutenio, rodio y cromo; las líneas de emisión de 299.796 nm y 306.471 nm pueden presentar interferencias por iridio y cromo.

#### 1.3 Cálculos y expresión de resultados

1.3.1 El método de referencia interno se basa en la relación lineal entre el cociente de intensidades ( $I_P/I_Y$ ) y el cociente de las concentraciones ( $C_P/C_Y$ ) o, bien, la relación de masas ( $m_P/m_Y$ ). El subíndice "P" en estas relaciones se refiere al metal de interés ya sea platino o paladio y el subíndice "Y" al itrio.

Al usar la misma masa de itrio (solución interna de referencia) para preparar todas las soluciones, no es necesario tener un volumen exacto de las soluciones de medición. La exactitud del matraz volumétrico de 1000 ml se considera como satisfactoria.

En general, la unidad de procesamiento de datos del ICP-OES provee los cocientes de cada medición simultánea registrada de las intensidades del paladio o platino, e itrio.

El valor promedio,  $\bar{Q}$ , de los cinco cocientes de intensidad ( $Q_1, Q_2, Q_3, Q_4, Q_5$ ) pertenecientes a cada solución, se calcula usando la fórmula (I-1):

$$\bar{Q} = \frac{1}{5} \left( \sum_{n=1}^5 \frac{I_P}{I_Y} \right) \quad \text{Ec. (I.1)}$$

Donde el subíndice "P" se refiere al metal en este caso platino o paladio, y el subíndice "Y" al itrio. La media de este valor deberá tener una desviación estándar relativa no mayor a 0.3%.

1.3.2 En vista de las desviaciones de la masa nominal,  $m_{IS}$ , expresada en gramos, de la solución de estándar interno ( $m_{IS} = 100.00$  g), cada cociente de intensidad perteneciente a cada solución medida debe ser corregido por la masa real correspondiente de la solución de estándar interno,  $W_{IS,n}$ , usada para preparar dicha solución de medición, expresada en gramos. El cociente corregido,  $Q_C$ , es calculado usando la siguiente fórmula:

$$Q_C = Q \cdot \frac{W_{IS,n}}{m_{IS}} \quad \text{Ec. (I.2)}$$

Para la determinación del contenido de paladio o platino, según sea el caso, en la muestra usando el cociente corregido de intensidad, se requiere la masa exacta de paladio o platino, en las soluciones de calibración,  $m_{P,Cs,n}$  (expresadas en miligramos), y es calculada mediante la fórmula (I-3).

$$m_{P,Cs,n} = W_{P,Cs,n} \text{ Ec.(I.3)}$$

donde,

$W_{P,Cs,n}$  es la masa, en miligramos, de paladio o platino usada para preparar la solución de calibración correspondiente.

Los dos puntos de calibración más cercanos al contenido esperado en la muestra de paladio o platino, corresponden a la solución de calibración de concentración (en masa) baja,  $a$ , y al valor de la solución de calibración de concentración (en masa) alta,  $b$ ; y son usados para determinar la masa de paladio o platino en la solución de la muestra usando la siguiente fórmula (I-4):

$$m_p = a + \frac{(b-a).(Q_{Cs}-Q_{Ca})}{(Q_{Cb}-Q_{Ca})} \text{ Ec.(I.4)}$$

donde,

$a$  es la masa de paladio o platino en la solución de calibración usada como "solución de calibración de baja concentración", en miligramos, de acuerdo con la fórmula (I-3).

$b$  es la masa de paladio o platino en la solución de calibración usada como "solución de calibración de alta concentración", en miligramos, de acuerdo con la fórmula (I-3).

$Q_{Ca}$  es el cociente de intensidad corregido  $I_p/I_Y$  de la "solución de calibración de baja concentración".

$Q_{Cb}$  es el cociente de intensidad corregido  $I_p/I_Y$  de la "solución de calibración de alta concentración".

$Q_{Cs}$  es el cociente de intensidad corregido  $I_p/I_Y$  de la solución de medición de la muestra.

La masa final de paladio o platino de la solución de la muestra corresponde al valor promedio de cinco ciclos de medición,  $\bar{m}_p$  y es calculado usando la fórmula (I-5):

$$\bar{m}_p = \frac{1}{5} (\sum_{n=1}^5 m_p) \text{ Ec.(I.5)}$$

La desviación estándar relativa no deberá exceder 0.3%.

Una vez que se ha determinado la masa promedio del platino o paladio,  $\bar{m}_p$ , a partir de las cinco mediciones de la solución de la muestra, el contenido de paladio o platino (según sea el caso),  $X_p$ , en la muestra, expresado en partes por millar, es calculado usando la fórmula (I-6):

$$X_p = \frac{\bar{m}_p}{W_{Sa}} \cdot 1000 \text{ Ec.(I.6)}$$

donde,

$W_{Sa}$  es la masa de la muestra usada para preparar la solución de stock de la muestra, en miligramos.

Precaución: En caso de utilizar otros algoritmos en el proceso de medición, diferentes del propuesto en este apéndice, éstos deben ser validados para determinar el cumplimiento con este documento.

#### **I.4 Repetibilidad**

Los resultados de las determinaciones duplicadas para el platino o paladio deben diferir en menos de 3%. Si la diferencia es mayor a este valor, el ensayo debe ser repetido.

### **Apéndice J**

#### **(Normativo)**

#### **Determinación de fineza por fluorescencia de Rayos X en piezas de joyería.**

##### **J.1 Principio**

En la fluorescencia de Rayos X se utilizan rayos X para radiar la superficie de la muestra y como respuesta se emiten radiaciones secundarias de la interacción de los rayos X con el espécimen. Estas radiaciones secundarias o de fluorescencia, son las que se miden en este método.

Las emisiones medidas son específicas para cada metal, por lo que la composición química de la aleación puede ser determinada haciendo uso de materiales de referencia y una calibración adecuada del equipo. Este método permite entonces, la caracterización química y validación de piezas de joyería.



Para cada tipo de aleación específica, es necesario contar con una calibración específica. Esta calibración es obtenida con el uso de al menos 3 materiales de referencia, preferentemente materiales de referencia certificados, cuya composición química es comparable aproximadamente con la aleación a analizar. La calibración realizada es verificada por medio de un material de referencia certificado. La muestra entonces es analizada y la fineza del metal preciosos es determinada y validada.

Para el caso de la determinación de la fineza de piezas de joyería, el método de fluorescencia de Rayos X aquí descrito, se considera un método secundario. Para efectos de la presente Norma Oficial Mexicana, los métodos primarios para la determinación de fineza, son aquellos métodos de prueba listados en la Tabla 5. El procedimiento aquí descrito por la técnica analítica de FRX puede ser utilizado por los sujetos obligados.

## **J.2 Equipamiento.**

**J.2.1** Espectrómetro de fluorescencia de Rayos X de dispersión de energía, con las siguientes características:

- Tubo de rayos X de W-Mo o Rh que posea mini o micro-spots de análisis (micro-FRX).
- Tensión de aceleración de 50 kV.
- Filtro primario (de aluminio (Al) es recomendado para platino (Pt) si se utiliza un tubo de rayos X de tungsteno (W)).
- Equipado con cámara que permita la magnificación de la imagen del área de medición.
- Con al menos dos colimadores, de diferente dimensión de spot circular.
- Resolución espectral  $\leq 180$  keV.
- Detector: Si-PIN, SDD.

Nota: Para el caso de equipos con otras características a las enlistadas, el método de análisis debe ser validado adecuadamente para garantizar el cumplimiento de los requerimientos, por lo que las características enlistadas no son limitativas.

## **J.2.2 Materiales de referencia.**

- Materiales de referencia con diferentes composiciones químicas, certificadas preferentemente, (en milésimas o kilates) de la aleación de interés, que cubran completamente el intervalo de composición química de los especímenes a analizar. Los materiales de referencia preferentemente deben ser similares a las composiciones de los especímenes a analizar, para evitar errores sistemáticos de medición.
- Composición química exacta, con incertidumbre declarada, preferentemente certificada.
- Composición química uniforme a lo largo de la pieza, de tal forma que la desviación estándar obtenida de la medición por FRX en 5 posiciones diferentes (con réplica de 3 veces) del material de referencia, para cada estándar de calibración no exceda 1.2 ‰ para el elemento de mayor interés.
- Geométricamente planos con una superficie de exposición de al menos 50 mm<sup>2</sup>.
- El espesor de la pieza de material de referencia debe ser lo suficientemente grueso, por ejemplo, tres veces el espesor de saturación del elemento más pesado contenido en el estándar.
- Para la verificación del método de calibración, es necesario contar con un material de referencia certificado en composición química para cada concentración nominal de fineza de las muestras a analizar, con las características geométricas y de espesor anteriormente listadas. Los materiales de referencia certificados deben poseer trazabilidad a estándares nacionales y/o internacionales.
- Preferentemente, para aumentar la exactitud del método de medición se requieren materiales de referencia con composición química, preferentemente certificada, del elemento(s) de mayor interés cubriendo un rango de hasta 50 ‰. Por ejemplo, para la medición de la fineza de una aleación de 750 ‰, utilizar materiales de referencia certificados con composición química de oro de 730 ‰, 750 ‰ y 770 ‰.
- Preferentemente, se recomienda que los materiales de referencia certificados a utilizar en la caracterización de artículos de joyería, puedan provenir de un proceso de manufactura similar que el

de las piezas de análisis, para disminuir los efectos de variables tales como rugosidad, densidad, porosidad, etc.

- Los materiales de referencia certificados empleados para la determinación de la composición química por FRX, aseguran por sí mismos, ser homogéneos, microestructural y químicamente, de la misma naturaleza de las aleaciones a analizar.

### **J.3 Calibración.**

- La calibración debe llevarse a cabo siguiendo las instrucciones del fabricante, usando materiales de referencia, preferentemente certificados, que cumplan las especificaciones descritas en la presente Norma Oficial Mexicana.
- La calibración debe llevarse a cabo para cada una de las diferentes aleaciones (elemento de la fineza a determinar) en particular a analizar, cubriendo el rango de interés. Debe evitarse el uso de la extrapolación.
- Para la calibración, cada material de referencia, preferentemente certificado, debe ser medido en 5 posiciones diferentes, un mínimo de 5 veces en cada posición. La desviación estándar obtenida para las mediciones de composición química de cada material de referencia no debe exceder 1.2 ‰ para el elemento de mayor interés.
- En caso de que se presenten interferencias en el análisis de fluorescencia de rayos X, entre los elementos presentes en la aleación, se deben aplicar las correcciones pertinentes.
- El análisis de los materiales de referencia para la calibración y de las muestras debe llevarse a cabo en las mismas condiciones, es decir, utilizando la misma dimensión del spot, voltaje y corriente. El tiempo de análisis para cada réplica no debe exceder el tiempo de análisis usado en la calibración. Debe utilizarse la dimensión de spot más grande posible, compatible con las características de la muestra a analizar.

#### **J.3.1 Verificación de la calibración.**

- Para llevar a cabo la verificación de la calibración, se deben utilizar un material de referencia certificado (por cada concentración nominal de las muestras a analizar), con las características listadas en la sección J.2.2, con la salvedad de que este material debe ser un material de referencia certificado de acuerdo con la normativa nacional e internacional aplicable.
- El material de referencia certificado utilizado para la verificación de la calibración, preferentemente no debe haber sido utilizado para realizar la calibración del equipo.
- Los elementos mayores y menores de la muestra deben estar presentes en el material de referencia certificado. Para el elemento mayor la diferencia absoluta entre la concentración nominal de las muestras y la concentración del material de referencia no debe ser mayor a 10 ‰; para los elementos menores dicha diferencia absoluta no debe ser mayor a 20 ‰. Los elementos trazas pueden ser ignorados. Se recomienda, por lo tanto, verificar la calibración con un material de referencia certificado para cada una de las concentraciones nominales (o finezas) a determinar.
- El material de referencia certificado debe ser analizado un mínimo de 5 veces en 5 diferentes posiciones; la desviación estándar de las mediciones no debe exceder 1.2 ‰ para el elemento mayor.
- La calibración es verificada mediante la comparación de la fineza medida para el material de referencia y su valor declarado certificado. La diferencia entre los dos valores no debe ser mayor que 1.2 ‰.
- Si la desviación estándar o la diferencia entre la fineza medida del material de referencia y su valor certificado exceden las tolerancias especificadas, la calibración debe repetirse.
- La calibración del instrumento debe ser revisada periódicamente, o antes de realizar una serie de mediciones.

### **J.4 Análisis de las muestras.**

#### **J.4.1 Preparación de la muestra.**

- En todos los casos antes de medir la pieza en el equipo de fluorescencia de Rayos X es necesario limpiarla con alcohol, preferentemente isopropílico. En ciertos casos puede requerirse el pulido mecánico de una capa delgada de la pieza.
- Para aquellas piezas en las que sea necesario realizar cortes, éstos deberán realizarse en forma de cizallado con pinzas de corte o con una cizalla. El cizallado suele ser en frío dejando climatizar la muestra en el laboratorio a  $20 \pm 2$  °C durante al menos 2 horas. El objetivo del corte es obtener una sección rectangular de la muestra lo más cercano a las dimensiones del área de exposición del equipo. En los casos donde sea necesario llevar a cabo estas operaciones de cizallado, deben obtenerse por lo menos dos muestras de diferentes regiones del espécimen para su posterior análisis en el equipo de fluorescencia de rayos X.

#### J.4. 2 Medición de la muestra.

- Para efectos de la presente norma se debe realizar el proceso de medición de la muestra 3 veces independientes (ciclos de medición), cada una comprendiendo la medición, por triplicado (réplicas), en al menos 3 zonas diferentes de la muestra cubriendo la pieza, en la medida de lo posible.
- La desviación estándar obtenida para cada conjunto de réplicas no debe exceder 1.2 %. A su vez, la desviación estándar para cada ciclo de medición no debe exceder 1.2 %.
- Dado que la incertidumbre de la medición es determinada parcialmente por el número de mediciones realizadas, un incremento en el número de mediciones reducirá la incertidumbre de la medición.

#### J.5 Cálculo y expresión de resultados.

##### J.5.1 Fineza.

La fineza de la muestra es obtenida directamente del software del equipo de fluorescencia de rayos X. La fineza final reportada debe ser el promedio de todas las mediciones realizadas en la muestra.

##### J.5.2 Incertidumbre

El valor máximo de incertidumbre expandida, U, considerado para la determinación de la fineza en piezas de joyería es de  $\pm 4.16$  %. Se recomienda que los laboratorios de ensayo, calculen y reporten el valor de la incertidumbre expandida de su método de medición de la fineza, tomando como referencia el valor máximo de ésta considerado en la presente Norma Oficial Mexicana.

##### J.5.3 Interpretación de resultados.

- Zona de NO conformidad:  $F_{medida} < F_{declarada} - |U|$
- Zona conforme por incertidumbre:

$$F_{declarada} - |U| \leq F_{medida} \leq F_{declarada} + |U|$$

Es necesario aclarar que, en este caso de la zona conforme por incertidumbre, en la desviación negativa de valor medido, éste también debe cumplir con el criterio de tolerancia negativa para la fineza del elemento químico de interés.

- Zona conforme:  $F_{medida} > F_{declarada} + |U|$

Donde:

$F_{medida}$ : Fineza medida de la muestra.

$F_{declarada}$ : Fineza de la muestra declarada por el fabricante.

#### 11. Bibliografía

- Ley de Infraestructura de la Calidad, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 2020.
- Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 1992 y sus reformas.
- Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 14 de enero de 1999 y sus reformas.
- NMX-Z-012/2-1987 Muestreo para la inspección por atributos-Parte 2: Métodos de muestreo, tablas y gráficas, publicada su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación el 28 de octubre de 1987.

- ISO 3497:2000 *Metallic coatings — Measurement of coating thickness — X-ray spectrometric methods, Tercera edición (Diciembre 2000).*
- ISO 9220:1988 *Metallic coatings-Measurement of coating thickness-Scanning electron microscope method, Primera edición (Septiembre 1988).*
- ISO 11210:2014 *Jewellery -- Determination of platinum in platinum jewellery alloys -- Gravimetric method after precipitation of diammonium hexachloroplatinate, Segunda edición (Diciembre 2014).*
- ISO 13756:2015 *Jewellery -- Determination of silver in silver jewellery alloys -- Volumetric (potentiometric) method using sodium chloride or potassium chloride, Segunda edición (Febrero 2015).*
- ISO 11426:2014 *Jewellery -- Determination of gold in gold jewellery alloys -- Cupellation method (fire assay).*
- ISO 11427:2014, *Jewellery -- Determination of silver in silver jewellery alloys -- Volumetric (potentiometric) method using potassium bromide, Segunda edición (Noviembre 2014).*
- ISO 11490:2015, *Jewellery -- Determination of palladium in palladium jewellery alloys -- Gravimetric determination with dimethylglyoxime, Segunda edición (Febrero 2015).*
- ISO 11494:2019 *Jewellery – Determination of platinum in platinum jewellery alloys – ICP-OES method using yttrium as internal standard element.*
- ISO 11495:2019 *Jewellery – Determination of palladium in palladium jewellery alloys – ICP-OES method using yttrium as internal standard element.*
- ISO 11210:2014 *Jewellery -- Determination of platinum in platinum jewellery alloys -- Gravimetric method after precipitation of diammonium hexachloroplatinate.*
- ISO 14594:2014 *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for the determination of experimental parameters for wavelength dispersive spectroscopy*
- ISO 3497:2000 *Metallic coatings — Measurement of coating thickness — X-ray spectrometric methods.*
- ISO 16700:2016 *Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Guidelines for calibrating image magnification.*
- ISO 15632:2012 *Microbeam analysis — Selected instrumental performance parameters for the specification and checking of energy-dispersive X-ray spectrometers for use in electron probe microanalysis.*
- THE PRECIOUS METALS BOOK-CIBJO/PRECIOUS METALS-CIBJO/Precious Metals Commission PRECIOUS METALS COMMISSION 2010-1.
- GUIDE TO THE PRECIOUS METALS MARKING ACT AND REGULATIONS. Competition Bureau Canada. ISBN 0-662-49351-6. Fecha de publicación: 2006-07-04.

#### ARTICULOS TRANSITORIOS

**PRIMERO.-** La presente Norma Oficial Mexicana, entrará en vigor a los 180 días naturales después de su publicación en el Diario Oficial de la Federación y sus tolerancias aceptadas a la que refiere la tabla 2 del inciso 5.2 entrarán en vigor conforme a los artículos transitorios segundo, tercero y cuarto.

**SEGUNDO.-** La tolerancia aceptada a la que refiere la tabla 2 del inciso 5.2 de la presente NOM para cumplir con la pureza que ostentan los registros de artículos de oro, platino y paladio, objeto de esta NOM deberá ser de – 3 milésimas a los 180 días naturales, a los 270 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de -2 milésimas y a los 365 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de 0 milésimas, posteriores a la entrada en vigor de la presente NOM.

**TERCERO.-** La tolerancia aceptada a la que refiere la tabla 2 del inciso 5.2 de la presente NOM para cumplir con la pureza que ostentan los registros de artículos de plata objeto de esta NOM deberá ser de -10 milésimas a los 180 días naturales, a los 270 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de -10 milésimas y a los 365 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de 0 milésimas, posteriores a la entrada en vigor de la presente NOM.

**CUARTO.-** La tolerancia aceptada a la que refiere la tabla 2 del inciso 5.2 de la presente NOM para cumplir con la pureza que ostentan los registros de artículos de oro, platino, paladio y plata que apliquen soldadura en polvo deberá ser de -5 milésimas a los 180 días naturales, a los 270 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de -4 milésimas y a los 365 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de -3 milésimas una vez emitida la presente NOM.

**QUINTO.-** La tolerancia aceptada a la que refiere la tabla 2 del inciso 5.2 de la presente NOM para cumplir con la pureza que ostentan los registros de artículos de oro, platino, paladio y plata que apliquen alma de acero en su fabricación con ataque químico posterior, deberá ser de -6 milésimas a los 180 días naturales, a los 270 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de -6 milésimas y a los 365 días naturales la tolerancia aceptada deberá ser de -5 milésimas posteriores a la entrada en vigor de la presente NOM.”

**SEXTO.-** La presente Norma Oficial Mexicana, una vez que entre en vigor cancela a la Norma Oficial Mexicana NOM-033-SCFI-1994, Información comercial-Alhajas o artículos de oro, plata, platino o paladio-Especificaciones y métodos de prueba, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de julio de 1994.

**SÉPTIMO.-** Los Laboratorios de Pruebas y las Unidades de Inspección o Verificación, según corresponda pueden iniciar los trámites de acreditación para la presente Norma Oficial Mexicana, una vez que ésta sea publicada en el Diario Oficial de la Federación como Norma definitiva.

**OCTAVO.-** Los resultados de la evaluación de la conformidad vigentes que hayan sido emitidos respecto de la Norma Oficial Mexicana NOM-033-SCFI-1994, con anterioridad a la fecha de entrada en vigor de la presente Norma definitiva, continuarán vigentes hasta que concluya el periodo marcado en los mismos y dichos productos podrán comercializarse hasta agotar el inventario al amparo de dichos resultados.

Ciudad de México, a 1 de diciembre de 2021.- Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de la Secretaría de Economía, Lic. **Alfonso Guati Rojo Sánchez.-**  
Rúbrica.