



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL  
BERILIO - MÉTODO GRAVIMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-  
065-1981)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF  
BERILIUM - GRAVIMETRIC METHOD**

**1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma mexicana establece el método gravimétrico para la determinación del berilio en aluminio y aleaciones de aluminio.

**2 APARATOS Y EQUIPO**

- 2.1 Vaso de precipitados de 250 ml
- 2.2 Vaso de precipitados de 400 ml
- 2.3 Vaso de precipitados de 500 ml
- 2.4 Frasco de 400 ml
- 2.5 Baño de hielo
- 2.6 Crisol con fondo de vidrio poroso

- 2.7 Crisol de platino
- 2.8 Material común de laboratorio

### **3 REACTIVOS**

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

- 3.1 Ácido clorhídrico (vapores)
- 3.2 Solución de agua oxigenada al 6 %
- 3.3 Indicador de ácido risólico
- 3.4 Solución de cloruro de amonio

Se miden 30 ml de ácido clorhídrico concentrado, se colocan en un matraz volumétrico de 1 000 ml y se afora, se agregan 5 gotas de indicador de ácido risólico y se neutraliza con hidróxido de amonio al 3 %.

- 3.5 Solución de 8 - hidroxiquinoleina

Se pesan 5 g de hidroxiquinoleina, se colocan en un matraz volumétrico de 100 ml, se disuelven con 10 ml de ácido acético concentrado y se aforan.

- 3.6 Solución de acetato de amonio acidulada al rojo de metilo con ácido acético y diluida a 1 000 ml.
- 3.7 Solución de hidróxido de amonio al 3 %
- 3.8 Indicador rojo de metilo

### **4 PREPARACIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA**

- 4.1 Muestra para el análisis: Virutas de no más de 1 mm de espesor obtenidas por taladro, laminado o serrado.

## 5 PROCEDIMIENTO

### 5.1 Principio

Este método se basa en la precipitación del berilio con amoníaco; y en su determinación como óxido.

### 5.2 Determinación

- 5.2.1 Se pesan 3 g de la muestra por analizar y se colocan en un vaso de precipitados de 250 ml, se añaden 25 ml de solución de ácido clorhídrico 1:1 y pequeñas porciones de solución de agua oxigenada al 6 % se agita hasta lograr la disolución de la muestra.
- 5.2.2 Se filtra a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 8.1.1), se lava con pequeñas porciones de agua caliente, se recibe el filtrado en un vaso de precipitados de 500 ml.
- 5.2.3 Se calienta la solución hasta que se inicie la cristalización. Se agregan 90 ml de ácido clorhídrico concentrado, y se deja enfriar en baño de hielo.
- 5.2.4 Se pasa una corriente de ácido clorhídrico gaseoso a través de la solución hasta que se sature (véase inciso 8.1.2) y se filtra el cloruro de aluminio a través de un crisol de vidrio poroso. Se lava con ácido clorhídrico concentrado, previamente enfriado en baño de hielo.
- 5.2.5 Se transfiere el filtrado a un vaso de precipitados de 400 ml y se calienta a evaporación hasta un volumen de 50 ml, se añaden 50 ml de solución saturada de ácido sulfhídrico, y una cantidad suficiente de pulpa de papel, para coagular los sulfuros.
- 5.2.6 Se filtra la solución a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 8.1.1) y se lava con pequeñas porciones de agua caliente. Se calienta el filtrado a ebullición, y se agregan 3 gotas de ácido nítrico concentrado, caliente nuevamente a ebullición y diluya a 250 ml con agua caliente.
- 5.2.7 Se añaden unas gotas de indicador de ácido risólico y suficiente cantidad de hidróxido de amonio, hasta que la solución adquiera una coloración rosada. Se filtra la solución a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 8.1.1) y se lava con pequeñas porciones de solución de cloruro de amonio.

- 5.2.8 Se calienta a ebullición y se agregan unas gotas de rojo de metilo y suficiente cantidad de hidróxido de amonio hasta que la solución adquiera una coloración amarilla.
- 5.2.9 Se neutraliza la solución con ácido clorhídrico concentrado y se añade un exceso de 5 gotas. Caliente, agregue 10 ml de solución de 8-hidroxiquinoleina y se agita. Sin dejar de agitar se añaden 25 ml de solución de acetato de amonio, y una cantidad adicional de 8-hidroxiquinoleina hasta obtener una coloración amarilla.
- 5.2.10 Se deja reposar durante 30 min, se filtra a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 8.1.1) y se lava con pequeñas porciones de solución de acetato de amonio. Caliente a ebullición y evapora hasta 25 ml (véase inciso 8.1.3), se añaden 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, y se continúa evaporando hasta la formación de cristales.
- 5.2.11 Se agregan 5 ml de ácido nítrico concentrado, se calienta a sequedad, y se repite el procedimiento hasta eliminar las sales de amonio y la materia orgánica. Se deja enfriar y se añaden 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, y 10 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1, se calienta hasta la aparición de humos blancos. El residuo se disuelve con 10 ml de solución de ácido clorhídrico al 5 % y se evapora nuevamente hasta la aparición de humos blancos.
- 5.2.12 Se diluye la solución con 25 ml de agua, se agregan 5 ml de solución de ácido clorhídrico 1:1 y 25 ml de solución saturada de ácido sulfhídrico, se calienta a ebullición y se filtra a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 8.1.1), se lava con pequeñas porciones de agua caliente.
- 5.2.13 Se calienta a ebullición y se agregan unas gotas de ácido rísólico y suficiente cantidad de hidróxido de amonio hasta que la solución adquiera una coloración rosada. Se Adiciona pulpa de papel y se calienta en baño maría para que coagule el precipitado. Se filtra la solución a través de papel filtro de porosidad media (véase inciso 8.1.1), y se lava con pequeñas porciones de una solución de cloruro de amonio.
- 5.2.14 Se colocan el papel filtro y su contenido en un crisol de platino previamente tarado, y se calcina en una mufla a una temperatura de  $1\ 373\ K \pm 50\ K$  ( $1\ 100^{\circ}C \pm 50^{\circ}C$ ) hasta masa constante.

## 6 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

El contenido de berilio en tanto por ciento se calcula con la siguiente expresión:

$$\text{Be \%} = \frac{G_1 \times 36,05}{G}$$

donde:

$G_1$  son los gramos de óxido de berilio, y  
 $G$  son los gramos de muestra.

## **7 INFORME DE LA PRUEBA**

7.1 El informe de la prueba debe incluir mínimo los siguientes datos:

- Referencia al método usado;
- Los resultados y el método de expresión usados;
- Cualquier anomalía notada durante la determinación, y
- Cualquier operación no incluida en este método.

## **8 APÉNDICE NORMATIVO**

8.1 Observaciones

8.1.1 Se recomienda usar papel filtro No. 40.

8.1.2 Generalmente, esta operación dura de 180 s a 360 s.

8.1.3 Si se forma un precipitado se vuelve a filtrar y a lavar pequeñas porciones de agua.

## **9 BIBLOGRAFÍA**

NOM-008-SCFI-2002

Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

NMX-W-065-1981	Aluminio y sus aleaciones - Determinación del berilio - Método gravimétrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de enero de 1982.
NMX-Z-013-1977	Guía para la estructuración, presentación y redacción de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.

## **10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES**

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

**México D. F., a**

**MIGUEL AGUILAR ROMO.  
DIRECTOR GENERAL.**

**NMX-W-065-SCFI-2003**

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL  
BERILIO - MÉTODO GRAVIMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-  
065-1981)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF  
BERILIUM - GRAVIMETRIC METHOD**

## PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALCOMEX, S.A.
- ALMEXA ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO Y DERIVADOS DE VERACRUZ, S.A. DE C.V.
- ALUMEX, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO EXTRUIDO EXTRAL, S.A. DE C.V.
- ALUQUÍMICOS, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, A.C. (ANCE)
- ANODIZADO INDUSTRIAL Y ARTÍSTICO, S.A. DE C.V.
- CINVESTAV DE QUERÉTARO
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
- CUPRUM, S.A. DE C.V.
- INDALUM, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO MEXICANO DEL ALUMINIO, A.C.
- INDUSTRIA MEXICANA DEL ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL SANTA CLARA, S.A. DE C.V.