



**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN
GRAVIMÉTRICA DEL SILICIO EN EL ALUMINIO Y SUS
ALEACIONES – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-
W-079-1978)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - GRAVIMETRIC
DETERMINATION OF SILICON IN ALUMINIUM AND ITS ALLOYS
- TEST METHOD**

1 OBJETIVO

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

2 CAMPO DE APLICACIÓN

2.1 Esta norma mexicana es aplicable para la determinación de contenidos de silicio mayores que o iguales a 0,30 %.

2.2 Esta norma mexicana no es aplicable a los siguientes casos especiales para los cuales debe ser modificado tal como se describe en el capítulo 10 apéndice normativo.

2.2.1 Aleaciones de aluminio-silicio (contenido de silicio mayores que 3 %) y aleaciones aluminio-magnesio (véase inciso 10.1).

2.2.2 Aleaciones de aluminio conteniendo estaño o antimonio (véase inciso 10.2).

3 PRINCIPIO O FUNDAMENTO

- 3.1 Ataque con hidróxido de sodio, acidificación con ácido perclórico, deshidratación de la sílice, filtrado, secado, calcinado y pesado de la sílice.
- 3.2 Volatilización de la sílice, por medio de ácido fluorhídrico y pesado del residuo. Determinación de la sílice por diferencia de masas.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

- 4.1 Hidróxido de sodio en lentejas (conservarlo en envases de plástico).
- 4.2 Ácido bromhídrico de densidad aproximadamente 1,49 g/ml, 48 % (V/V) en solución.
- 4.3 Ácido clorhídrico de densidad 1,01 g/ml, aproximadamente 0,62.
- 4.3.1 Tomar 5 ml de ácido clorhídrico (ρ 1,19 g/ml), aproximadamente 12 N y completar a un volumen de 100 ml con agua.
- 4.4 Ácido fluorhídrico de densidad aproximadamente 1,14 g/ml, solución al 40 % (m/m).
- 4.5 Ácido nítrico, densidad aproximadamente 1,40 g/ml, solución 15 N.
- 4.6 Ácido perclórico de densidad 1,67 g/ml, solución aproximadamente 11,7 N.

NOTA 1: El ácido perclórico (ρ 1,54 g/ml) aproximadamente 9 N, puede también ser usado, 1 000 ml de ácido perclórico (ρ 1,67 g/ml), es equivalente a 1 270 ml de ácido perclórico (ρ 1,54 g/ml).

- 4.7 Ácido perclórico de densidad 1,22 g/ml, aproximadamente 4 N.
- 4.7.1 Tomar 35 ml de ácido perclórico (véase inciso 4.6) y completar a 100 ml con agua.
- 4.8 Ácido sulfúrico de densidad 1,48 g/ml, aproximadamente solución 17,5 N.
- 4.8.1 Agregar cuidadosamente 50 ml de ácido sulfúrico (ρ 1,84 g/ml), aproximadamente 35,6 N a agua, enfriar y completar a 100 ml de agua.

- 4.9 Agua de bromo, solución saturada.
- 4.10 Peróxido de hidrógeno al 6 % (V/V)(aproximadamente 20 volúmenes).
- 4.10.1 Tomar 17 ml de peróxido de hidrógeno al 36 % (V/V), densidad 1,12 g/ml y completar a un volumen de 100 ml.
- 4.11 Hidróxido de sodio de densidad 1,05 g/ml, aproximadamente a solución 1,25 N.
- 4.11.1 Disolver 50 g de hidróxido de sodio (NaOH) en un poco de agua, después de enfriarlo, completar a un volumen de 1 000 ml (guardar en un envase de plástico).

5 APARATOS

- 5.1 Equipo usual de laboratorio

6 PREPARACIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 6.1 La muestra para el análisis debe ser rebabas de no más de 1 mm de espesor obtenida por taladro o laminado.

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1 Muestra de prueba
 - 7.1.1 Pesar la muestra de prueba con una precisión de $\pm 0,001$ g, de acuerdo a las cantidades que se muestran en la tabla 1. Para las aleaciones tipo eutéctico silicio-aluminio, los cristales de cuarzo y las partículas finas de la muestra de prueba, deben ser tomadas en la misma proporción para el análisis, luego del tamizado.

TABLA 1.- CANTIDADES DE LA MUESTRA DE PRUEBA PARA CONTENIDOS SUPUESTOS DE SILICIO

Contenido supuesto de silicio	Masa de la muestra	Masa del NaOH (véase inciso 4.1)	+	Volumen de agua	Volumen de HNO ₃ (véase inciso 4.5)	Volumen de ácido perclórico (véase inciso 4.6)	+	Volumen de agua
%	g	g	+	ml	ml	ml	+	ml
0,30 a 1	5	15	+	30	5	110	+	80
de 1 a 3	2	68	+	15	5	60	+	30
de 3 a 7	1	6	+	10*	5	45	+	20
arriba de 7	0,5 a 1	10	+	20*	5	60	+	30

* Alternativamente, para las 2 etapas de métodos de ataque (véase inciso 10.1 y la nota 2).

7.2 Prueba en blanco

7.2.1 Llevar a cabo una prueba en blanco paralelamente a la determinación siguiendo el mismo procedimiento y usando las mismas cantidades de todos los reactivos.

7.3 Determinación

7.3.1 Ataque de la muestra de prueba

7.3.1.1 De acuerdo con el contenido supuesto de silicio, tomar la cantidad de muestra, usando las cantidades de los reactivos, mostrados en la tabla 1.

NOTA 2: Es posible usar el método normal, tal como se describe en el procedimiento, aún para aleaciones de aluminio-silicio (contenido de silicio mayor de 3 %) y aleaciones aluminio-magnesio.

7.3.1.2 Colocar la muestra en un crisol con tapa de plata o níquel, de capacidad adecuada (por ejemplo de 250 ml y de 120 mm a 150 mm de diámetro), agregar la cantidad apropiada de hidróxido de sodio (véase tabla 1 en el inciso 4.1), luego agregar cuidadosamente en pequeñas porciones el correspondiente volumen de agua.

- 7.3.1.3 Cuando el ataque es completo, enjuagar la tapa y las paredes del crisol con la menor cantidad posible de agua caliente, colocar al crisol cubierto sobre una placa caliente (o baño de arena) y evaporar la solución hasta una consistencia pastosa.
- 7.3.1.4 Después enfriar, y agregar gota a gota de 5 ml a 6 ml de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.10) y evaporar nuevamente hasta una consistencia pastosa. Si es necesario repetir el tratamiento de peróxido de hidrógeno.
- 7.3.2 Deshidratación de la sílice
- 7.3.2.1 Agregar 100 ml de agua caliente, lavar las paredes del crisol, hervir hasta disolver las sales, enfriar y transferir el contenido del crisol a un vaso de precipitados de 500 cm³, de forma alta que contenga al ácido nítrico (véase inciso 4.5), el ácido perclórico (véase inciso 4.6) y agua en las cantidades mostradas en la tabla 1, para el tamaño de las muestras correspondiente.
- 7.3.2.2 Lavar cuidadosamente el crisol y la tapa con agua caliente, luego una pequeña cantidad de ácido perclórico (véase inciso 4.7), cerca de 10 ml en total, remover cualquier partícula adherida al crisol y a la tapa, (usando una varilla de vidrio con terminal de caucho) enjuagar nuevamente con agua caliente y agregar al agua de lavado a la solución principal.
- 7.3.2.3 Agitar con una varilla de vidrio, y si la solución tiene un color café por la presencia del dióxido de manganeso, agregar unas gotas de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.10). Tapar el crisol con un vidrio de reloj y evaporar hasta que se desprendan humos blancos densos de ácido perclórico, hasta que la solución empieza a cristalizar (la duración del desprendimiento de humos blancos es de 15 min a 20 min). Dejar enfriar y colocar en baño María hasta que la solución adquiera un volumen de carga de 200 ml para una muestra de 0,5 g a 1 g, de 400 ml para una muestra de 2 g y de 600 ml para una muestra de 5 g.
- 7.3.2.4 Agitar cuidadosamente con una varilla de vidrio, calentar para disolver completamente las sales en la solución y disolver cualquier dióxido de manganeso que pueda haber, agregar unas gotas de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.10).

7.3.3 Filtración y lavado

7.3.3.1 Agitar con una varilla de vidrio las partículas de sílice en suspensión y filtrar a través de un papel filtro de porosidad media agregando un poco de pulpa de papel y de contenido de cenizas conocido (filtro A), recogiendo el filtrado y los lavados sucesivos en un vaso, lavar el filtro con una solución caliente de ácido clorhídrico (véase inciso 4.3) y después de hacer de 5 a 6 lavados con agua caliente hasta que las sales hayan sido completamente eliminadas.

NOTA 3: Los lavados deben ser completos, debido a que cualquier cantidad de ácido perclórico retenido por sílice, puede producir salpicaduras durante el calcinado.

7.3.4 Recuperación de la sílice del filtrado

7.3.4.1 Pasar el filtrado y el agua de lavado al vaso previamente usado, evaporar hasta que se desprendan humos blancos densos de ácido perclórico y continuar la evaporación de 15 min a 20 min.

7.3.4.2 Enfriar y poner en baño María como se indica en el inciso 7.3.2, filtrar en un segundo filtro de porosidad media (filtro B) agregando un poco de pulpa de papel y lavar como se indica en el inciso 7.3.3. Recuperando cualquier sílice adherida a las paredes del vaso.

7.3.5 Calcinación de volatilización de la sílice

7.3.5.1 Colocar los dos filtros A y B con sus contenidos juntos en un crisol de platino (véase nota 4). Calcinar moderadamente entre 500°C y 600°C hasta la completa combustión de los filtros, después calcinarse una mufla de 1 100°C a 1 150°C durante 1 h. Enfriar en un desecador que contenga alumina activada o gel de sílice y pesar; luego calcinarse otra vez a la misma temperatura, hasta obtener masa constante. Para el residuo 1 ml ó 2 ml de ácido sulfúrico (véase inciso 4.8) (véase nota 5) y de 3 ml a 5 ml de ácido fluorhídrico (véase inciso 4.4), evaporar a sequedad y calcinarse en la mufla a 1 000°C hasta obtener masa constante.

7.3.5.2 Si es necesario, repetir el tratamiento con ácido fluorhídrico.

NOTA 4: El uso de un crisol de platino tarado, es preferible para permitir verificar tanto la cantidad de residuo, como cualquier variación del peso del crisol durante la calcinación.

NOTA 5: El exceso de ácido sulfúrico indicado, es necesario para evitar la volatilización parcial de cualquier cantidad de titanio o circonio presente.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 Para calcular el contenido de silicio como porcentaje en masa se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{Si \% (m/m)} = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \llcorner \times 0,467\ 5 \times 100}{m_0}$$

donde:

m_0 es la masa en gramos, de la muestra de prueba;
 m_1 es la masa en gramos, del crisol y su contenido, antes de la volatilización de la sílice en la muestra de prueba;
 m_2 es la masa, en gramos del crisol y el residuo después de la volatilización de la sílice en la muestra de prueba;
 m_3 es la masa en gramos del crisol y su contenido, antes de la volatilización de la sílice en la muestra en blanco;
 m_4 es la masa en gramos del crisol y el residuo, después de la volatilización de la sílice en la muestra en blanco, y
0,467 5 es el factor de conversión de sílice a silicio.

9 INFORME DE LA PRUEBA

9.1 El informe de la prueba debe incluir los siguientes puntos:

9.1.1 Referencia al método usado.

9.1.2 Los resultados y el método de expresión usados.

9.1.3 Cualquier anomalía notada durante la determinación.

9.1.4 Cualquier operación o incluida en este método.

10 APÉNDICE NORMATIVO

10.1 Casos especiales de aleaciones de aluminio-silicio (con contenidos de silicio mayores del 3 %) y aleaciones de aluminio-magnesio.

10.1.1 Principio o fundamento

10.1.2 El ataque de la porción de prueba se lleva a cabo en 2 etapas, usando primeramente la cantidad de hidróxido de sodio, en solución diluida, necesarios para disolver el aluminio, y subsecuentemente agregando la cantidad de hidróxido de sodio en lentejas necesarias para completar el ataque de la muestra de prueba y la formación de silicato de sodio.

10.1.2 Modificación al método general

10.1.2.1 Reemplazar el inciso 7.3.1 por lo siguiente:

10.1.2.1.1 De acuerdo con el contenido de silicio supuesto, tomar la porción de la muestra de prueba tal como se indica en la tabla 2 y usar las correspondientes cantidades de los reactivos.

TABLA 2*.- Cantidades de la muestra de prueba para contenidos supuestos de silicio

Contenido supuesto de silicio	Masa de la muestra de prueba	Volumen de la solución de hidróxido de sodio (véase inciso 4.11)	Masa de NaOH en hojuelas (véase inciso 4.1)	Total de NaOH usado	Volumen de ácido nítrico (véase inciso 4.5)	Volumen de ácido perclórico (véase inciso 4.6)	+ Volumen de agua	
%	g	ml	g	g	ml	ml		ml
3 a 7	1	30	4,5	6	5	45	+	20
arriba de 7	0,5 a 1	30	8,5	10	5	60	+	30

* En el capítulo 7 procedimiento, leer tabla 2 en lugar de tabla 1.

10.1.2.1.2 Colocar la muestra de prueba en un crisol de níquel o plata de capacidad adecuada (por ejemplo de 250 ml y 120 mm a 150 mm de diámetro) ajustado con una tapa de níquel o plata, agregar un volumen apropiado de solución de hidróxido de sodio (véase inciso 4.11) colocando en baño María y tan pronto como la reacción primaria sea completada agregar la cantidad correspondiente de hojuelas de hidróxido de sodio (véase inciso 4.1). Cuando el ataque sea completado, enjuagar la tapa y las paredes del crisol con la mayor cantidad posible de agua caliente, colocar el crisol tapado en una

parrilla, calentar moderadamente y evaporar cuidadosamente hasta una consistencia pastosa, evitando salpicaduras.

- 10.1.2.1.3 Después de enfriar, agregar gota a gota de 5 ml a 6 ml de peróxido (véase inciso 4.10) y evaporar nuevamente hasta consistencia pastosa, si es necesario, repetir al tratamiento de peróxido de hidrógeno.

- 10.2 Casos especiales de aleaciones de aluminio que contenga estaño o antimonio
 - 10.2.1 Principio o fundamento
 - 10.2.1.1 El estaño y antimonio, que interfiere en medio de ácido perclórico por la hidrólisis, son volatilizados de la solución de ácido perclórico como bromuros.
 - 10.2.2 Modificaciones al método general
 - 10.2.2.1 Reemplazar al principio del inciso 7.3.1 por lo siguiente:
 - 10.2.2.1.1 De acuerdo con el contenido supuesto de silicio-estaño y/o antimonio, tomar una muestra tal como se indica en la tabla 3 usando las correspondientes cantidades de los reactivos.
 - 10.2.2.1.2 Colocar la muestra de prueba en un crisol de níquel o plata [desde este punto (véase inciso 7.3.1) permanece sin cambios].
 - 10.2.2.2 Reemplazar el inciso 7.3.2 por lo siguiente:
 - 10.2.2.2.1 Agregar 100 ml de agua caliente, lavando las paredes del crisol, hervir hasta disolver las sales, enfriar y transferir el contenido del crisol a un vaso de precipitados de 500 cm³ que contenga ácido perclórico (véase inciso 4.6) y agua en las cantidades mostradas en la tabla 3 para el tamaño de muestra de prueba correspondiente.
 - 10.2.2.2.2 Lavar cuidadosamente la cápsula y la tapa con agua caliente, luego con una pequeña cantidad de ácido perclórico (véase inciso 4.7), aproximadamente 10 ml en total, removiendo cualquier partícula que quede adherida en las paredes de la cápsula y la tapa (usando una varilla de vidrio con punto de goma). Enjuagar por último con agua caliente y agregar el agua de lavado a la solución principal.
 - 10.2.2.2.3 Agitar con una varilla de vidrio y si la solución tiene un color café debido a la presencia de dióxido de manganeso, agregar unas gotas de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.10).

- 10.2.2.2.4 Hervir unos minutos y luego en una campana agregar cuidadosamente y en pequeñas porciones, las cantidades de agua de bromo (véase inciso 4.9) y de ácido bromhídrico (véase inciso 4.2) tal como se muestra en la tabla 3 de acuerdo con el tamaño de la muestra de prueba y su contenido supuesto de estaño y/o antimonio. Concentrar la solución elevando la temperatura gradualmente hasta que sean emitidos humos blancos de ácido perclórico. Continuar con la evaporación y emisión de humos durante 5 min, luego tapar la cápsula con un vidrio de reloj y continuar calentando durante 20 min.
- 10.2.2.2.5 Dejar enfriar y colocar en baño María y llevar el volumen de la solución hasta 200 ml aproximadamente para la muestra de prueba de 0,5 g a 1 g, a 400 ml para una muestra de prueba de 2 g y a 600 ml aproximadamente para una muestra de 5 g.
- 10.2.2.2.6 Agitar cuidadosamente con una varilla de vidrio, calentando para que se disuelva cualquier cantidad de dióxido de manganeso que se pueda haber separado agregando unas gotas de peróxido de hidrógeno (véase inciso 4.10).

TABLA 3*.- Cantidades de la muestra de prueba para contenidos supuestos de silicio, estaño y/o antimonio

Contenido supuesto de silicio	Contenido supuesto de estaño y/o antimonio	Masa de la muestra de prueba	Masa del NaOH (véase inciso 4.1)	Volumen de agua	Volumen de ácido perclórico (véase inciso 4.6)	Volumen de agua	Volumen de ácido bromhídrico (véase inciso 4.2)	Volumen de agua de bromo (véase inciso 4.9)
%	%	g	g	+	ml	+	ml	ml
0,30 a 1	< 6	5	15	+	30	+	60	30
	6 a 20	5	15	+	30	+	60	70
Arriba de 1 a 3	• 6	2	8	+	15	+	30	15
	6 a 20	2	8	+	15	+	30	30
Arriba de 3 a 7	• 6	1	6	+	10**	+	30	10
Arriba de 7	• 1	0,5-1	10	+	20**	+	30	10

* En el capítulo 7 procedimiento, véase "tabla 3" en lugar de "tabla 1".

** Alternativamente para el método de ataque en 2 etapas, véase capítulo 10 apéndice normativo y la nota 2.

11 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-079-1978 Determinación gravimétrica del silicón en el aluminio y sus aleaciones. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de mayo de 1978.
- 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.
- ISO 797:1973 Aluminium and aluminium alloys - Determination of silicon - Gravimetric method.

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es idéntica a la norma internacional ISO 797:1973.

México D. F., a

MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.

NMX-W-079-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN
GRAVIMÉTRICA DEL SILICIO EN EL ALUMINIO Y SUS
ALEACIONES – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-
W-079-1978)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - GRAVIMETRIC
DETERMINATION OF SILICON IN ALUMINIUM AND ITS ALLOYS
– TEST 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.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
1	Objetivo	1
2	Campo de aplicación	1
3	Principio o fundamento	2
4	Reactivos y materiales	2
5	Aparatos	3
6	Preparación y conservación de la muestra	3
7	Procedimiento	3
8	Expresión de los resultados	7
9	Informe de la prueba	7
10	Apéndice normativo	8
11	Bibliografía	11
12	Concordancia con normas internacionales	11