



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE SILICIO - MÉTODO
ESPECTROFOTOMÉTRICO CON EL COMPLEJO
SILICOMOLIBDICO REDUCIDO (CANCELA A LA NMX-W-113-
1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMICAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF SILICON - SPECTROPHOTOMETRIC
METHOD WITH THE REDUCED SILICOMOLYBDIC COMPLEX**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

- 1.1 Esta norma mexicana establece un método fotométrico para la determinación de silicio en el aluminio y aleaciones de aluminio.
- 1.2 Esta norma mexicana es aplicable a la determinación de contenidos de silicio comprendidos entre 0,02 % y 0,4 %.
- 1.3 Esta norma mexicana no es aplicable a los casos especiales de aleaciones de aluminio que contienen estaño o bismuto. En esta norma esos casos no son tratados.

2 PRINCIPIO

- 2.1 Ataque de la porción de ensayo con hidróxido de sodio y oxidación con peróxido de hidrógeno. Acidificación con los ácidos nítrico y clorhídrico. Formación del complejo silicomolibdico amarillo (a pH 0,9 aproximadamente) en una alícuota de la porción de ensayo.

- 2.2 Incremento de la acidez con ácido sulfónico y reducción al complejo silicomolibdico azul (usando una solución a base de ácido 1-amino-2 naftol-4 sulfónico o alternativamente una solución de ácido ascórbico).
- 2.3 Medición fotométrica a una longitud de onda de 180 nm aproximadamente.

3 REACTIVOS

Durante el análisis, usar sólo reactivos de grado analítico reconocido y solo agua bidestilada.

- 3.1 Peróxido de hidrógeno, 6 % (v/v) (20 volúmenes aproximadamente)

Se diluye con agua 17 cm³ de peróxido de hidrógeno 36 % (v/v) (ρ 1,12 g/cm³) y completar el volumen a 100 cm³.

- 3.2 Ácido sulfuroso, solución

Hacer pasar una corriente de dióxido de azufre en agua hasta alcanzar el punto de saturación.

- 3.3 Solución de base, para el trazado de la curva de calibración

En un recipiente de material plástico (por ejemplo polietileno) de capacidad apropiada (por ejemplo 400 cm³) introducir 40 cm³ de la solución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.7), agregar aproximadamente 200 cm³ de agua y acidificar mediante 54 cm³ de ácido nítrico (véase inciso 3.8) y 40,0 cm³ de ácido clorhídrico (véase inciso 3.9). Después del enfriamiento, transferir la solución a un matraz aforado de 500 cm³ y aforar con agua.

- 3.4 Solución molibídica

Usar cualquiera de las soluciones indicadas a continuación.

- 3.4.1 Molibdato de sodio, solución a 145 g/dm³

Disolver 145 g de molibdato de sodio dihidratado (Na₂MoO₄·2H₂O) en 700 cm³ de agua tibia. Enfriar, si es necesario filtrar a través de un filtro de textura media, recoger el filtrado en un matraz aforado de 1 000 cm³ y lavar con agua fría. Completar al volumen con agua y transferir a un recipiente de polietileno. Comprobar el pH de esta solución, si es mayor que 8, rechazar la solución y preparar una nueva utilizando molibdato de sodio de mayor pureza.

3.4.2 Molibdato de amonio, solución a 106 g/dm³, estabilizado a pH 7.2

En un recipiente de capacidad apropiada (por ejemplo, un vaso de vidrio de 600 cm³), disolver 53 g de molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] en 250 cm³ de agua.

Agregar 30 cm³ de la solución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.7) homogeneizar, si es necesario enfriar a la temperatura ambiente y completar el volumen aproximadamente 350 cm³ con agua.

Controlando con el potenciómetro y agitando agregar gota a gota la cantidad de solución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.7) necesaria para llevar el valor del pH a 7,2. Filtrar a través de un filtro de vidrio filtrado, recoger el filtrado en matraz aforado de 500 cm³ y lavar con agua. Completar el volumen con agua, homogeneizar y transferir a un recipiente de polietileno.

3.5 Ácido tartárico, solución a 200 g/dm³

Disolver 200 g de ácido tartárico (C₄H₆O₆) en agua y completar el volumen a 1 000 cm³.

3.6 Solución reductora

Usar cualquiera de las soluciones indicadas a continuación:

3.6.1 Ácido 1 - amino - 2 - naftol - 4- sulfónico, solución

Disolver 7 g de sulfito de sodio anhidro (Na₂SO₃) en 100 cm³ de agua, luego agregar 1,5 g de ácido 1 - amino - 2 naftol - 4 sulfónico y agitar la solución hasta la disolución completa. Disolver separadamente 90 g de metabisulfito de sodio (Na₂S₂O₅) en 800 cm³ de agua. Mezclar las dos soluciones, filtrar a través de un filtro de textura media, recoger el filtrado y las aguas de lavado en un matraz aforado de 1 000 cm³. Completar el volumen con agua, homogeneizar y transferir la solución a un frasco de vidrio ámbar. Usar una solución que tenga menos de un mes de edad, o:

3.6.2 Ácido ascórbico, solución a 20 g/dm³

Disolver 2 g de ácido ascórbico en agua y completar el volumen a 1 000 cm³. Preparar la solución en el momento de usar.

3.7 Hidróxido de sodio, solución 8 N

Disolver 320 g de hidróxido de sodio con agua, en un recipiente no atacable por el hidróxido de sodio (por ejemplo, una cápsula de níquel).

NOTA: Asegurarse que el hidróxido de sodio contiene tan poca sílice como sea posible. Por esta razón se recomienda el uso de hidróxido de sodio suministrado en envases de material plástico.

Enfriar y transferir a una botella de polietileno provista de una marca a 1 000 cm³ completar al volumen con agua y homogeneizar. Controlar la concentración de la solución titulando con la solución de ácido nítrico (véase inciso 3.8), usando como indicador la solución de rojo de metilo (véase inciso 3.14).

Si es necesario, ajustar la concentración de la solución de hidróxido de sodio, de manera que 10,0 cm³ de esta solución correspondan a 10,0 cm³ ± 0,1 cm³ del ácido nítrico (véase inciso 3.8).

3.8 Ácido nítrico, solución 8 N

Diluir 540 cm³ de ácido nítrico (ρ 1,40 g/cm³), solución 15 N aproximadamente, a 1 000 cm³ con agua. Controlar la concentración de la solución titulando 10,600 g de carbonato de sodio anhidro (Na₂CO₃) previamente secado en una estufa a aire a 383 K (110°C) y usando como indicador la solución de rojo de metilo (véase inciso 3.14).

La cantidad teórica de ácido nítrico 8 N para la cantidad de carbonato de sodio anhidro indicada es de 25 cm³. Si es necesario, ajustar la concentración de la solución de ácido nítrico agregando agua o ácido de manera que la solución corresponda a una normalidad 8 N.

3.9 Ácido clorhídrico, solución 4,4 N

Diluir 352 cm³ de ácido clorhídrico (ρ 1,19 g/cm³), solución de 12,5 N aproximadamente, a 1 000 cm³ con agua. Controlar la concentración titulando con la solución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.7) y si es necesario, ajustar la concentración de manera que 20,0 cm³ de la solución de ácido clorhídrico correspondan a 11,0 cm³ ± 0,1 cm³ de la solución de hidróxido de sodio de (véase inciso 3.7).

3.10 Ácido sulfúrico, solución 8 N

Agregar cuidadosamente 225 cm³ de ácido sulfúrico (ρ 1,84 g/cm³), solución 35,6 N aproximadamente, a agua, enfriar y completar el volumen a 1 000 cm³. Controlar la concentración por titulación con la solución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.7) y si es necesario, ajustar la concentración de manera que 10,0 cm³ de la solución de ácido sulfúrico correspondan a 10,0 cm³ ± 0,1 cm³ de la solución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.7).

3.11 Silicio, solución patrón a 0,1 g/dm³ (1 cm contiene 0,1 mg de silicio)

A elección:

3.11.1 En un crisol de platino grande previsto de una cubierta, fundir 0,214 0 g de sílice pura (SiO₂), previamente calcinada a 1 000°C hasta masa constante, con 2 g de una mezcla de partes iguales de carbonato de sodio (Na₂CO₃) y carbonato de potasio (K₂CO₃).

NOTA: Evitar el contacto del crisol de platino con materiales refractarios (emplear, por ejemplo, triángulos o soportes de platino o de níquel-cromo).

Continuar la fusión hasta la obtención de una masa transparente. Enfriar, disolver la masa fundida con agua tibia y transferir la solución a un vaso de polietileno. Diluirá aproximadamente 700 cm³ con agua, transferir la solución a un matraz aforado de 1 000 cm³, completar al volumen con agua y homogeneizar. o:

3.11.2 En un vaso plástico de capacidad apropiada (por ejemplo, 500 cm³), colocar 0,670 2 g de fluorsilicato de sodio (Na₂SiF₆) y agregar aproximadamente 400 cm³ de agua tibia. Cubrirlo con una tapa plástica y calentar en un baño de agua hasta la disolución aparente de la sal; continuar el calentamiento durante 30 min, agitando de vez en cuando una varilla de polietileno. Enseguida, enfriar a temperatura ambiente, transferir a un matraz aforado de 1 000 cm³, completar al volumen con agua y homogeneizar. Inmediatamente transferir la solución (véase inciso 3.11.1 ó 3.11.2) a una botella de polietileno.

3.12 Silicio, solución patrón a 0,01 g/dm³ (1 cm³ contiene 0,01 mg de silicio)

- Tomar 50,0 cm³ de la solución patrón de silicio (véase inciso 3.11) colocarlos en un matraz aforado de 500 cm³ y completar al volumen con agua;
- Preparar la solución en el momento de usar, y
- Transferir la solución a un recipiente de polietileno.

3.13 Silicio, solución patrón a 0,002 g/dm³ (1 cm³ contiene 2 mg de silicio)

Tomar 100,0 cm³ de la solución patrón de silicio (véase inciso 3.12), colocarlos a un matraz aforado de 500 cm³ y completar al volumen con agua. Preparar la solución en el momento de usar. Transferir la solución a un recipiente de polietileno.

3.14 Rojo de metilo, solución al 0,02 % (V/V)

Disolver 0,02 g de rojo de metilo en 60 cm³ de etanol al 95 % (V/V) aproximadamente y diluir a 100 cm³ con agua.

4 APARATOS

4.1 Material corriente de laboratorio

Los recipientes de vidrio no deben usarse con las soluciones alcalinas. Los aparatos de vidrio deben lavarse cuidadosamente con una mezcla crómica caliente, abundantemente lavados en agua y finalmente en agua bidestilada (no secar). Los recipientes de platino (crisoles, cápsulas, etc.), deben limpiarse fundiendo en ellos carbonato de sodio puro y enseguida lavando con ácido clorhídrico hirviendo y lavando abundantemente con agua bidestilada.

NOTA: Se aconseja el empleo de pipetas o buretas graduadas de polietileno para medir los volúmenes de solución de hidróxido de sodio. A veces se puede emplear pipetas o buretas graduadas de vidrio las cuales deben lavarse inmediatamente después del empleo con agua, luego con ácido clorhídrico de concentración media y finalmente con agua bidestilada.

4.2 Espectrofotómetro (longitud de onda 810 nm aproximadamente)

5 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

5.1 Debe obtenerse virutas de espesor menor o igual que 1 mm, por fresado o taladrado.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Porción de ensayo

Pesar 0,25 g de la porción de ensayo con una exactitud de $\pm 0,001$ g.

6.2 Preparación de la curva de calibración

En una serie de nueve matraces aforados de 100 cm³, introducir 25,0 cm³ de la solución de base (véase inciso 3.3) luego en cinco de ellos respectivamente, 0 (solución de compensación) -5,0 cm³ -10,0 cm³ -15,0 cm³ y 20,0 cm³ de la solución patrón de silicio (véase inciso 3.13), y en los cuatro matraces restantes, respectivamente 5,0 cm³ -10,0 cm³ -0,0 cm³, 15,0 cm³ y 20,0 cm³ de la solución patrón de silicio (véase inciso 3.12). Los matraces contienen, por lo tanto, respectivamente, 0 mg -10 mg -20 mg -30 mg -40 mg -50 mg -100 mg -150 mg y 200 mg de silicio. Usando una pipeta o una bureta graduada, agregar a cada matraz la cantidad

necesaria de agua para completar el volumen a 65 cm³, luego agregar 5 cm³ de la solución de molibdato (véase inciso 3.4), agitar y dejar reposar durante 10 min exactamente. En seguida, agregar 5 cm³ de la solución de ácido tartárico (véase inciso 3.5), 15,0 cm³ de ácido sulfúrico (véase inciso 3.10) y finalmente 5 cm³ de la solución reductora (véase inciso 3.6). Homogeneizar, completar al volumen con agua y homogeneizar de nuevo.

Después de 10 min, pero antes de 40 min, efectuar las mediciones fotométricas (temperatura entre 20°C y 30°C) al máximo de la curva de absorción (longitud de onda 810 nm aproximadamente), después de haber ajustado el instrumento a absorbancia cero contra la solución de compensación (término cero).

NOTA: Para obtener buenos resultados es necesario tener en cuenta en el cálculo la calibración de las celdas empleadas para las mediciones fotométricas.

Trazar un gráfico llevando, por ejemplo los valores de absorbancia en el eje de las ordenadas y las concentraciones correspondientes de silicio en el eje de las abscisas. La curva de calibración debe pasar por el origen.

6.3 Ensayo en blanco

Paralelamente a la determinación y siguiendo el mismo procedimiento, efectuar un ensayo en blanco usando todos los reactivos, pero reduciendo a 13,5 cm³ la cantidad de ácido nítrico (véase inciso 3.8) usado para la acidificación de solución alcalina (la cantidad del ácido clorhídrico (véase inciso 3.9) permanece igual a 10,0 cm³).

NOTA: Los reactivos, así como el agua bidestilada empleados para el análisis deben tener un grado de pureza que de al ensayo en blanco un valor muy pequeño para la absorbancia (por ejemplo este valor no debe exceder un quinto del valor de la absorbancia real del ensayo efectuado en la muestra, medida con el mismo paso óptico que el empleado para el ensayo en blanco).

6.4 Determinación

6.4.1 Ataque de la porción de ensayo

Introducir la porción de ensayo en un recipiente de platino (crisol o cápsula) de capacidad apropiada (por ejemplo, 100 cm³) y agregar 10,0 cm³ de la solución de hidróxido de sodio (véase inciso 3.7). Tapar el recipiente con una cubierta de platino y calentar moderadamente sin llevar a ebullición con el fin de completar el ataque. Agregar aproximadamente 2 cm³ de peróxido de hidrógeno (véase inciso 3.1) y calentar moderadamente. Mover lentamente la cubierta del recipiente de platino y evaporar con precaución a consistencia siruposa.

Enfriar (si es necesario, sumergir la base del recipiente de platino en agua fría), lavar la cubierta y las paredes del recipiente con la menor cantidad de agua caliente posible (por ejemplo, 30 cm³ aproximadamente), luego calentar moderadamente evitando la ebullición, para desprender del fondo y de las paredes del recipiente de platino toda la masa solidificada. Remover la fuente de calor. Diluir 75 cm³ a 80 cm³ aproximadamente con agua caliente y calentar durante 15 min a 20 min, evitando absolutamente la ebullición de la solución.

6.4.2 Preparación de la solución de ensayo

Enfriar y transferir, agitando (usar una barra de polietileno o de platino), la solución alcalina (véase inciso 6.4.1) en un vaso de vidrio de capacidad apropiada (por ejemplo, 400 cm³) conteniendo 17,0 cm³ de ácido nítrico (véase inciso 3.8), 10,0 cm³ de ácido clorhídrico (véase inciso 3.9) y aproximadamente 50 cm³ de agua tibia.

NOTA: Cuando se transfiere la solución alcalina, debe evitarse todo contacto de la solución con las paredes del vaso de vidrio.

Lavar el recipiente de platino y la cubierta con agua caliente y agregar las aguas de lavado a la solución ácida contenida en el vaso de vidrio. Si el hidróxido de manganeso separa y adhiere a las paredes del recipiente de platino, transferir al recipiente un poco de la solución ácida, agregar varias gotas de la solución de ácido sulfuroso (véase inciso 3.2) y homogeneizar. Enseguida, transferir de nuevo la solución al vaso de vidrio y lavar el recipiente de platino con agua caliente. Ajustar el volumen de la solución ácida a 180 cm³ aproximadamente, calentar hasta el punto de ebullición y si es necesario, agregar varias gotas de la solución de ácido sulfuroso (véase incisos 3.2) para completar la disolución del hidróxido de manganeso, luego hervir moderadamente durante 10 s a 15 s.

Enfriar, luego transferir la solución transparente a un matraz aforado de 250 cm³. Completar al volumen y homogeneizar.

NOTA: En presencia de cantidades apreciables de titanio, la solución es turbia; en este caso, filtrar la solución a través de un filtro de textura fina y recoger el filtrado en un matraz aforado de 250 cm³, lavando el filtro con agua caliente y recogiendo las aguas de lavado en el mismo matraz.

6.4.3 Desarrollo del color

En función del contenido de silicio supuesto de la porción de ensayo y considerando las características del aparato con que se dispone, tomar para la reacción coloreada las cantidades de solución principal indicadas en la tabla 1 (a título de ejemplo).

TABLA 1.- Desarrollo del color (ejemplo)

Contenido de silicio supuesto	Solución principal	Solución del ensayo en blanco
%	cm ³	cm ³
0,02 a 0,020	50	0
0,20 a 0,40	25	25

Si la alícuota tomada es menor que 50 cm³ agregar al mismo matraz aforado la cantidad de solución de ensayo en blanco necesaria para completar el volumen a 50 cm³, con el fin de que la reacción coloreada pueda efectuarse bajo las mismas condiciones de acidez.

Colocar la alícuota, así como también el volumen eventual complementario de solución del ensayo en blanco en un matraz aforado de 100 cm³. Agregar 15 cm³ de agua 5 cm³ de la solución de molibdato (véase inciso 3.4), homogeneizar y dejar reposar durante 10 min. Luego agregar la solución de ácido tartárico (véase inciso 3.5), el ácido sulfúrico (véase inciso 3.10) y la solución reductora como se indica en el inciso 6.2.

6.4.4 Ensayo de control

A fin de asegurar que el molibdeno (VI) del reactivo no ha sido reducido, efectuar el ensayo de control siguiente:

En un matraz aforado de 100 cm³, introducir una alícuota de la solución principal del mismo volumen que la utilizada para la reacción coloreada (así como el volumen eventual complementario de solución del ensayo en blanco) y agregar en el siguiente orden 15,0 cm³ de ácido sulfúrico (véase inciso 3.10), 5 cm³ de solución de ácido tartárico (véase inciso 3.5), 5 cm³ de la solución de molibdato (véase inciso 3.4) y finalmente, 5 cm³ de la solución reductora (véase inciso 3.6). Homogeneizar y completar al volumen con agua. Dentro del tiempo límite adoptado para la medición fotométrica de la solución de ensayo, la solución de ensayo testigo debe permanecer incolora y debe tener una absorbancia despreciable a la longitud de onda usada para la medición de la solución de ensayo.

6.4.5 Mediciones fotométricas

Después de 10 min, pero antes de 40 min, efectuar las mediciones fotométricas a (temperatura comprendida entre 293 K y 303 K (20°C y 30°C) al máximo de la curva de absorción (longitud de onda 810 nm aproximadamente), después de haber ajustado el instrumento de absorbancia cero contra agua bidestilada.

Sean respectivamente, E y B los valores de la absorbancia correspondiente a la solución de ensayo y a la solución del ensayo en blanco.

7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular la diferencia ($\Delta E - \Delta B$) y mediante la curva de calibración determinar la masa de silicio correspondiente.

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

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

donde:

- m_0 es la masa en gramos, de la porción de ensayo;
 m_1 es la masa, en miligramos del silicio contenido en la parte alícuota de la solución de ensayo, y
 R es la relación entre el volumen de la solución de ensayo y el volumen de la parte alícuota tomada para la reacción coloreada.

8 INFORME DE ENSAYO

El informe del ensayo debe incluir las siguientes indicaciones:

- Referencia al método usado;
- Los resultados obtenidos y el método de expresión usado;
- Cualquier característica no usual notada durante la determinación, y
- Cualquier operación no incluida en esta norma o de carácter opcional.

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-113-1982	Aluminio y sus aleaciones – Análisis químico - Determinación de silicio – Método espectrofotométrico con el complejo silicomolibdico reducido. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre 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.
ISO 808:1973	Aluminium and aluminium alloys - Determination of silicon - Spectrophotometric method with the reduced silicomolybdc complex.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es idéntica a la norma internacional ISO 808:1973.

México D. F., a

MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.

AVA/DLR/MRG

NMX-W-113-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO -
DETERMINACIÓN DE SILICIO - MÉTODO
ESPECTROFOTOMÉTRICO CON EL COMPLEJO
SILICOMOLIBDICO REDUCIDO (CANCELA A LA NMX-W-113-
1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMICAL ANALYSIS -
DETERMINATION OF SILICON - SPECTROPHOTOMETRIC
METHOD WITH THE REDUCED SILICOMOLYBDIC COMPLEX**

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 y campo de aplicación	1
2 Principio	1
3 Reactivos	2
4 Aparatos	6
5 Preparación de la muestra	6
6 Procedimiento	6
7 Expresión de los resultados	10
8 Informe del ensayo	10
9 Bibliografía	10
10 Concordancia con normas internacionales	11