

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
793-88**

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES.
DETERMINACION DE LA
COMPOSICION QUIMICA.
METODO ESPECTROMETRICO
EN ATMOSFERA DE NITROGENO
O ARGON.**

(1^{ra.} REVISION)



TRAMITE

COMITE TECNICO CT 8: MATERIALES METALICOS NO FERROSOS

PRESIDENTE: ING. LEOPOLDO QUINTERO N.

VICEPRESIDENTES: ING. LUIS ROMERO
ING. JULIO VELASCO

SECRETARIO: ING. INES CONDE

SUBCOMITE TECNICO CT8/SC1: ALUMINIO Y SUS ALEACIONES

COORDINADOR: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

ENTIDAD

ALCASA

ALEACIONES NO FERROSAS

A.I.M.M

BERA DE VENEZUELA

DISCUSION PUBLICA

FECHA DE ENVIO: 21-09-88

DURACION: 45 DIAS

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 10-11-88

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 07-12-88

REPRESENTANTES

DELIS FRANCO
JOSE SANTAMARIA
LUIS REYES

ROLANDO ALANIS

ALBERTO RIVERO

DANIEL KCOMT

NORMA VENEZOLANA
ALUMINIO Y SUS ALEACIONES.
DETERMINACION DE LA COMPOSICION
QUIMICA. METODO ESPECTROMETRICO
EN ATMOSFERA DE NITROGENO O ARGON

COVENIN
793-88

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 1002-78 Aluminio y sus aleaciones. Sistema de designación de aleaciones.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta Norma Venezolana establece el método de ensayo para la determinación cuantitativa del porcentaje de impurezas presentes en el aluminio primario y secundario y la determinación de las concentraciones de los elementos aleantes presentes en el aluminio aleado por el método espectrométrico.

2.2 El rango de concentración de impurezas y/o elementos aleantes, en el aluminio y sus aleaciones, debe estar comprendido dentro de los límites establecidos en la tabla 1.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El ensayo consiste en producir una descarga controlada de chispa eléctrica en atmósfera de Nitrógeno o Argón entre la superficie plana de una muestra previamente acondicionada y la punta de un electrodo de grafito o tungsteno respectivamente. La alta temperatura alcanzada logra vaporizar la muestra y excitar los átomos o iones, los cuales emiten radiación electromagnética al volver a su estado fundamental y la intensidad de luz emitida es proporcional al número de transiciones que tengan lugar por segundo, es decir, el número de átomos "N" por segundo que originan la transición de un nivel estable a un nivel excitado.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

4.1 ESPECTROMETRO DE LECTURA DIRECTA (Ver Anexo A)

4.2 EQUIPO DE PREPARACION DE MUESTRAS (DISCOS O BOTONES)

En la figura 1 se muestran dos (2) tipos de moldes para la fabricación de discos con las características deseadas. Las dimensiones de los discos son: 64 mm de diámetro y de 6 a 8 mm de espesor, un círculo central a bajo relieve sobre una de sus caras facilita la preparación de la misma para la aplicación del chispa.

4.3 TORNO DE DESPLAZAMIENTO VERTICAL

Para el maquinado superficial de los patrones y las muestras.

4.4 AFILADOR DE ELECTRODOS CON CUCHILLA.

Para producir una punta con las características dadas en la fig. 2

4.5 CIZALLA PARA CORTAR METAL

Capaz de cortar aluminio de 8 mm de espesor.

5 MATERIALES

5.1 ELECTRODOS DE GRAFITO DE ALTA PUREZA DE 6,15 mm DE DIAMETRO. (Ver fig. 2)

5.2 ELECTRODOS DE TUNGSTENO DE ALTA PUREZA DE 4,50 mm DE DIAMETRO (Ver fig. 3)

5.3 CILINDRO DE NITROGENO O ARGON CON UNA PUREZA MINIMA DE 99,99%.

El cilindro debe ser reemplazado cuando su presión baje a 100 psi; el mismo debe estar dotado de un doble regulador que permita observar la presión en el cilindro y controlar la presión de salida de gas con un flujómetro capaz de controlar la velocidad de gas requerida, con un rango de 0 a 0,2 l/s.

5.4 PATRONES PARA LA ELABORACION DE LAS CURVAS DE TRABAJO

5.4.1 Los patrones para la elaboración de las curvas de trabajo deben ser certificados por el proveedor.

5.4.2 Los tipos de patrones a utilizar son los siguientes:

5.4.2.1 Patrones para estandarización del instrumento.

Son patrones de alta uniformidad que contienen apropiadas cantidades de varios elementos. Su composición química exacta y estructura metalúrgica no es necesario conocerlas. Se utilizan para estandarizar el instrumento.

5.4.2.2 Patrón de alta pureza

Es un patrón con una pureza de aluminio superior a 99,99% y alta uniformidad, su composición química y estructura metalúrgica no es necesario conocerlas. Se utiliza para verificar la calibración del instrumento.

5.4.2.3 Patrones primarios o de curvas

Son patrones homogéneos libres de porosidad y con condiciones metalúrgicas similares a la muestra. Para cada aleación con matriz diferente deben utilizarse los necesarios para cubrir el rango de cada elemento. Son utilizados para construir las curvas analíticas.

5.4.2.4 Patrones nominales.

Son patrones que tienen la composición típica de una aleación en particular. Son utilizados para calibración como punto principal en las curvas analíticas.

6 PREPARACION DE LAS MUESTRAS

6.1 La muestra a ensayar consiste en un disco que se obtiene vertiendo el metal líquido en uno de los moldes presentados en la figura 1. De esta manera se obtiene un disco con las dimensiones deseadas, el cual es posteriormente maquinado sobre la cara que presenta el círculo central.

6.2 En el maquinado de la muestra se debe desbastar $1,3 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ de la superficie original. Desbastes posteriores no deben exceder de $0,13 \text{ mm}$ y después de éste la muestra no debe usarse para análisis espectrográfico.

El maquinado de la muestra debe ser tal que produzca una superficie lisa, libre de rayas profundas (ver nota 1) y de incrustaciones o escoria. Después que la muestra ha sido pulida no se debe, tocar su superficie con los dedos u otros objetos, especialmente cuando se vaya a analizar sodio.

NOTA 1: Se ha definido como una superficie ideal $1,6 \times 10^{-3} \text{ mm}$, acabado estandar de máquina.

6.3 PREPARACION DE LA MUESTRA QUE PROVIENE DE HORNOS O CRISOLES

6.3.1 En el momento de la toma de muestras, la temperatura del metal en el horno o crisol debe estar por encima del punto a la cual puede presentar alguna fase sólida.

6.3.2 La muestra debe tomarse con una herramienta previamente precalentada de dimensiones adecuadas a las necesidades particulares. Esta herramienta es generalmente una cuchara de mango largo con una copa de dimensiones que permitan obtener suficiente cantidad de metal para llenar el molde de vaciado (aproximadamente 200 g). La parte de la cuchara que se introduce dentro del metal debe cubrirse con un producto adherente que no contamine la muestra. Un material de estas características puede prepararse mezclando carbonato de calcio reducido a polvo fino con 3,79 l de agua, se hierve durante 20 min, se añaden 127 g de una solución de silicato de sodio a 42 C y se continua hirviendo por 30 minutos. Se agita bien antes de usar.

6.3.3 Con una herramienta diferente a la cuchara (paletas con mango), pero también recubierta, se limpia la escoria del área a muestrear.

6.3.4 Se introduce la cuchara en el metal bien abajo de la superficie y se agita momentáneamente.

6.3.5 Se extrae la cuchara llena de metal y rápidamente se vierte en uno de los dos tipos de moldes señalados en el punto 4.2 y se espera que el metal se solidifique. Se mantiene el molde fijo sin movimiento durante la solidificación. Se debe vertir el metal a una velocidad constante para que permita salir el aire dentro del molde.

6.3.6 Antes de tomar la muestra, el molde debe estar caliente, esto se puede lograr vertiendo una primera muestra y luego desechandola, el procedimiento también ayuda a limpiar el interior del molde de óxidos. La cuchara también debe calentarse antes de tomar la muestra evitando que el metal se solidifique y se adhiera a sus paredes frías.

Precaución: No se debe sobrellenar el molde con metal porque se pueden tener dificultades para abrirlo.

6.4 PREPARACION DE LAS MUESTRAS QUE PROVIENEN DE PRODUCTOS O PIEZAS ELABORADAS

6.4.1 Si la muestra puede ser destruida, se funde una porción representativa del metal a una temperatura superior a la cual pueda existir alguna fase sólida. Esto puede realizarse en un crisol de grafito de alta pureza o en cualquier otro crisol inerte, utilizando un horno para calentar.

Se agita el metal fundido con un electrodo de grafito que puede ser como el descrito en 5.1.

6.4.1.1 Si se observa mucha cantidad de escoria en la superficie del metal, se retira con el electrodo de grafito.

6.4.1.2 Se vierte la muestra líquida en uno de los dos tipos de moldes señalados en el punto 4.2 y se espera a que se solidifique.

6.4.2 Si el material a fundir está formado de virutas, hoja muy fina, pelotitas o cualquier otra forma finamente dividida, se desgrasa con un solvente (alcohol) y se prensa para formar una briqueta compacta y masiva y se funde como se hizo en el punto 6.4.1.

La preparación de la briqueta no es crítica, no obstante debe ser de un tamaño adecuado al crisol donde se va a fundir y siempre ser masiva.

NOTA 2: Este tipo de preparación de muestra no es satisfactoria para determinación de sodio, calcio, litio y magnesio si el metal es sobrecalentado por un largo tiempo.

6.4.3 Si la muestra no puede ser refundida como se describe en el punto 6.4.1 y se desean determinar elementos volátiles como Na, Ca, Li, Mg, la muestra puede chispearse directamente teniendo en cuenta las siguientes condiciones:

6.4.3.1 La muestra debe ser lo suficientemente compacta para que el calentamiento sea uniforme.

6.4.3.2 El espectrómetro debe ser calibrado con patrones de historia metalúrgica y respuesta espectroquímica similar a la muestra.

6.4.3.3 La muestra debe tener una superficie de excitación plana de por lo menos 3 x 3 cm. Si las muestras son láminas se deben maquinar 0,8 mm de su superficie o si esto no es posible 1/4 de su espesor.

6.4.3.4 Para otros productos, se maquina 1,3 mm debajo de su superficie original. Si el material está compuesto por láminas planas muy finas, éstas pueden unirse entre sí usando un pegamento epóxico que sea eléctricamente conductor y resistente al calentamiento. De esta manera se dispone de una sección del material masiva y que puede calentarse uniformemente.

Con este procedimiento se pueden obtener resultados cuantitativos, pero con un grado de exactitud.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION TIPICA

Para obtener la curva de calibración se siguen los siguientes pasos:

7.1.1 Se establecen los rangos de concentración del elemento que se desea analizar.

7.1.2 Se determinan los elementos mayoritarios o matriz que acompañan a dicho elemento.

7.1.3 Se escogen patrones que cubran los rangos de concentración establecidos que tengan la misma matriz (ver tabla 2).

7.1.4 Se excitan los patrones de estandarización, los patrones primarios y la intensidad obtenida para los patrones primarios se grafica en función de la concentración del elemento presente. La intensidad de los patrones de estandarización se registra para futuras estandarizaciones del equipo.

NOTA 3: Los valores de las intensidades de corriente Vs las concentraciones determinan el grado de la ecuación de la curva.

7.1.5 Al analizarse una muestra cualquiera en el espectrómetro; estos valores de las constantes permitirán la conversión de las intensidades obtenidas en los respectivos porcentajes.

7.2 LECTURA ESPECTROMETRICA

Una vez que la muestra se ha preparado, se procede de la siguiente forma:

7.2.1 Se inserta el electrodo de grafito o tungsteno según sea la atmósfera, en la caja donde se produce el chispazo eléctrico y con un espaciador se ajusta la altura del electrodo a 3,0 mm.

7.2.2 Se coloca la muestra con el lado maquinado hacia abajo sobre el portamuestra, de tal forma que el chispazo eléctrico se produzca entre el círculo central de la muestra y la periferia de la misma. Se debe evitar chispear el área a 5 mm del borde y el área a 12 mm de su centro.

NOTA 4: Si una muestra ha sido chispeada anteriormente, el nuevo chispazo debe hacerse de tal forma que no solape el área afectada por el chispazo anterior.

7.2.2.1 Se debe seguir el siguiente procedimiento dependiendo del molde, ya que el lugar donde debe excitarse (chispear) la muestra depende del tipo de molde que se utiliza para su obtención (ver fig 1).

Muestras obtenidas con un molde del tipo A

Se asume que la muestra es un reloj con las 12 horas en la oreja que sobresale del disco (ver fig 4). La zona de chispeo debe situarse entre la 1 1/2 a las 4 1/2 horas o de las 7 1/2 a las 10 1/2 horas.

Muestras obtenidas con un molde tipo B

En este tipo de molde se puede chispear alrededor de toda su area anular.

7.2.3 Se inicia el análisis

7.2.4 Se toma la lectura espectrométrica de la muestra ensayada

B EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 Los resultados se expresan como porcentajes de cada elemento. Dichos porcentajes pueden obtenerse directamente a partir de las curvas de calibración internas previamente programadas para cada elemento, en las cuales se relaciona la intensidad de corriente con la concentración.

9 INFORME

El informe debe contener como mínimo lo siguiente:

9.1 Ensayo realizado según lo establecido en la Norma Venezolana COVENIN 793.

9.2 Fecha de realización del ensayo.

9.3 Nombre de la persona que realizó el ensayo.

9.4 Identificación de la muestra de ensayo.

9.5 Porcentaje de aluminio y porcentaje de los diferentes elementos de impurezas y/o aleantes presentes en la muestra.

9.6 Designación de la aleación de acuerdo a lo establecido en la Norma Venezolana COVENIN 1002-78.

BIBLIOGRAFIA

ANSI/ASTM E 101-67 Standard Method for SPECTROGRAPHIC ANALYSIS OF ALUMINUM AND ALUMINUM ALLOYS BY THE POINT-TO-PLANE TECHNIQUE. American Society for Testing and Materials 1978. Annual Book of ASTM Standards. Part 42. Edited by ASTM. Easton, Md. USA.

ANSI/ASTM E 607-77 Standard Method for OPTICAL EMISSION SPECTROMETRIC ANALYSIS OF ALUMINUM AND ALUMINUM ALLOYS BY THE POINT-TO-PLANE TECHNIQUE, NITROGEN ATMOSPHERE. American Society for Testing and Materials. 1978. Annual Book of ASTM Standards. Part 42. Edited by ASTM. Easton, Md. USA.



TABLA 1.- Rango de Concentración de Impurezas y/o Elementos Aleantes

ELEMENTO	RANGO DE CONCENTRACION (%)	PATRON (%)	DESVIACION ESTANDAR
Si	0,01 - 15	0,01 0,10 1 10 15	± 0,001 ± 0,005 ± 0,02 ± 0,15 ± 0,25
Fe	0,01 - 3	0,01 0,1 1 2	± 0,001 ± 0,005 ± 0,015 ± 0,03
Cu	0,0005 - 20	0,01 0,1 1 10	± 0,0005 ± 0,005 ± 0,02 ± 0,20
Mn	0,0005 - 3	0,01 0,1 1 5	± 0,0003 ± 0,005 ± 0,015 ± 0,08
Mg	0,0005 - 10	0,01 0,1 5 10	± 0,0003 ± 0,005 ± 0,1 ± 0,2
Cr	0,0005 - 3	0,01 0,1 1	± 0,0003 ± 0,005 ± 0,02
Ni	0,001 - 5	0,01 0,1 1 5	± 0,0003 ± 0,005 ± 0,02 ± 0,1
Zn	0,001 - 10	0,01 0,1 1 10	± 0,002 ± 0,005 ± 0,02 ± 0,2
Ti	0,0005 - 0,5	0,01 0,1 1	± 0,001 ± 0,005 ± 0,02

(TABLA 1 CONTINUACION)

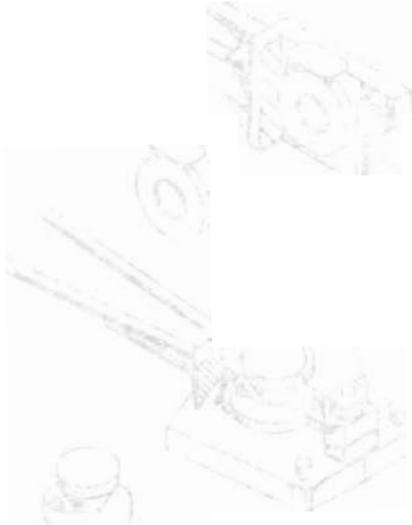
ELEMENTO	RANGO DE CONCENTRACION (%)	PATRON (%)	DESVIACION ESTANDAR
Ga	0,001 - 0,1	0,01 0,1	$\pm 0,0005$ $\pm 0,005$
Be	0,0005 - 0,5	0,001	$\pm 0,0005$
B	0,0005 - 0,5	0,1 0,1	$\pm 0,0005$ $\pm 0,005$
Bi	0,001 - 1	0,01 0,1 1	$\pm 0,001$ $\pm 0,005$ $\pm 0,02$
Ca	0,001 - 0,1	0,01	$\pm 0,0003$ $\pm 0,005$
Li	0,0001 - 0,1	0,01 0,1	$\pm 0,0003$ $\pm 0,005$
Na	0,0001 - 0,1	0,001 0,01 0,1	$\pm 0,0005$ $\pm 0,001$ $\pm 0,005$
Pb	0,001 - 1	0,01 0,1 1	$\pm 0,001$ $\pm 0,005$ $\pm 0,015$
Sn	0,001 - 1	0,01 0,1 1	$\pm 0,001$ $\pm 0,005$ $\pm 0,02$
V	0,001 - 0,1	0,01 0,1	$\pm 0,0005$ $\pm 0,005$
Zr	0,001 - 0,1	0,01 0,1	$\pm 0,001$ $\pm 0,005$
Sr	0,001 - 0,2	0,01 0,1	$\pm 0,001$ $\pm 0,005$
Sb	0,001 - 0,1	0,1	$\pm 0,001$

TABLA 2.- Diferentes Longitudes de onda que caracterizan a cada elemento

ELEMENTO	LONGITUD DE ONDA Å
Al (Estándar interno)	2568 x 2
B	2496,8 x 2
Be	3130,4
Bi	3067,7
Ca	3968,5
Cd	2288
Cr	4254,4
Cu (Rango baja concentración)	3274
Cu (Rango alta concentración)	5105,5
Fe	2395,6 x 2
Ga	2943,6
Mn	2593,7
Li	6707,8
Mg (Rango baja concentración)	2795,5
Mg (Rango alta concentración)	5183,6
Na	5890
Ni	3414,7
Pb	4057,8
Sb	2311,5
Si (Rango baja concentración)	2881,6
Si (Rango alta concentración)	3905,5
S	3175,1
Sr	4607,1
Ti	3372,8

(TABAL 2 CONTINUACION)

ELEMENTO	LONGITUD DE ONDA \AA
V	4379,2
Zn (Rango baja concentración)	3345
Zn (Rango alta concentración)	4810,5
Zr	3392



ARJ

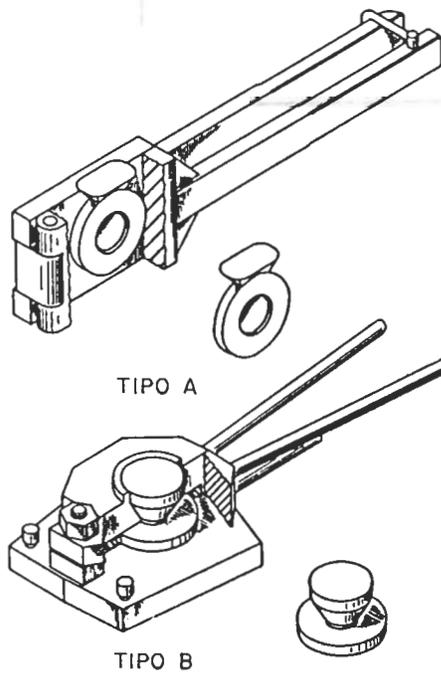


FIG. I

MOLDES PARA LA FABRICACION DE MUESTRAS

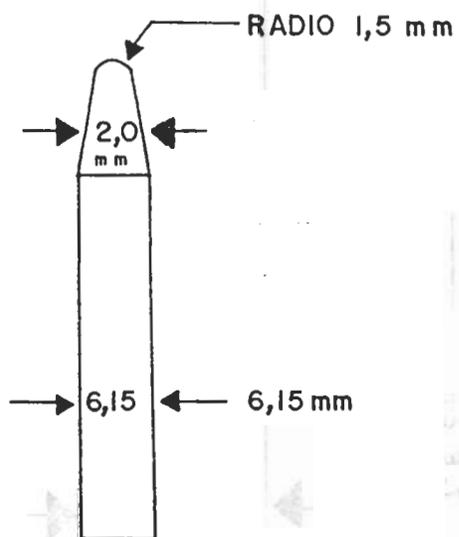


FIGURA 2. ELECTRODO DE GRAFITO
DIMENSIONES

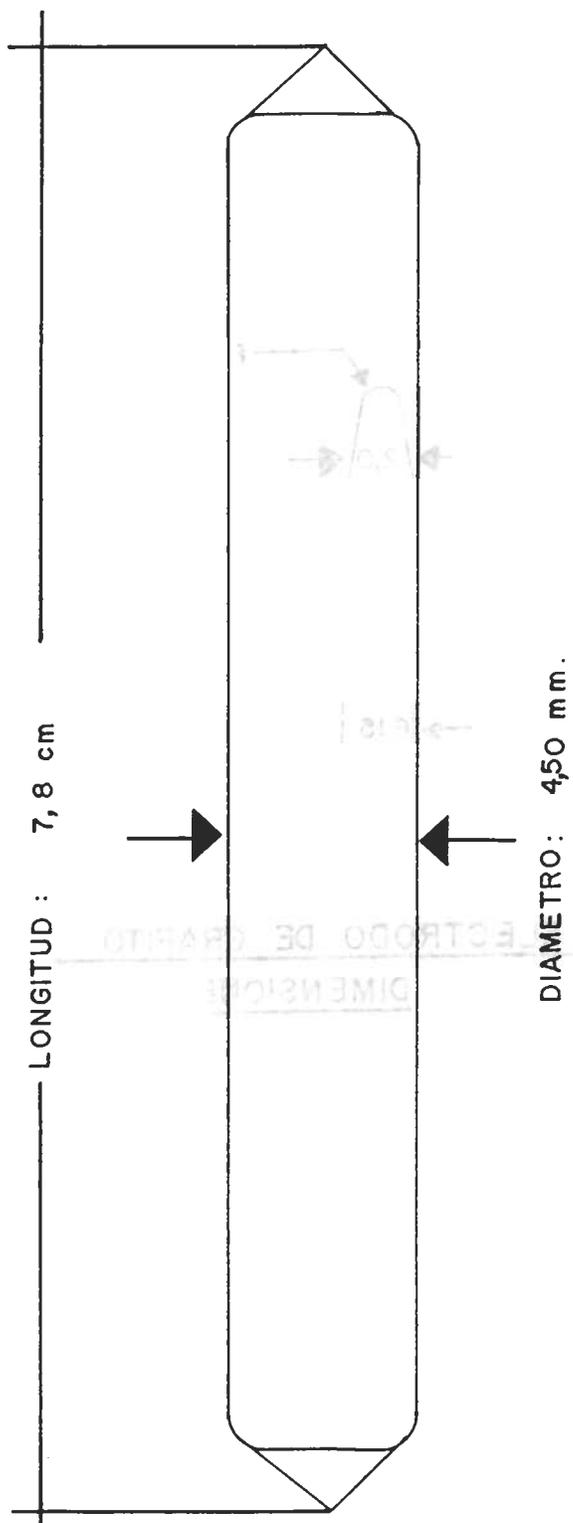


FIGURA 3. ELECTRODO DE TUNGSTENO

DIMENSIONES

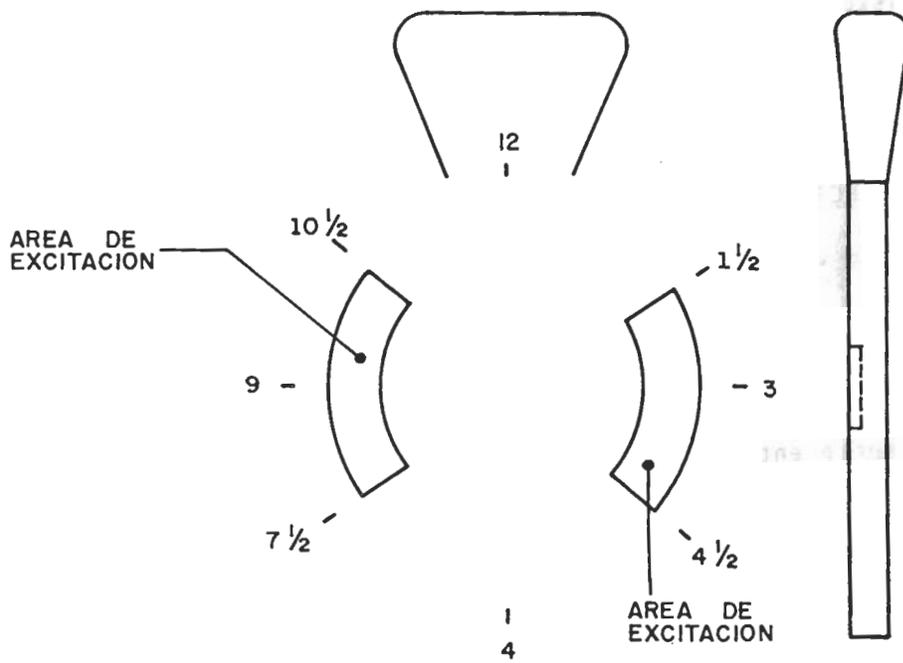


FIGURA 4r MOLDE TIPO "A" AREAS DE EXCITACION

ANEXO A

Características básicas del espectrómetro

A.1 CARACTERÍSTICAS ÓPTICAS

Se pueden utilizar tres tipos de espectrómetros:

	Tipo A	Tipo B	Tipo C
Largo focal, m.	1,5	1,5	2,0
Grating rayas/mm	1000	1000	1000
Dispersión recíproca lineal, $\text{\AA} / \text{mm}$	6,95	6,95	5,2
Ancho de la rendija primaria, μm	50	50	50
Ancho de las rendijas secundarias, μm	150	150	150
Lente de condensación, mm, aprox.	20	13	23
Rango de longitud de onda, \AA	2000a8000	2100a6800	1966a8750
Máximo número de fototubos	35	40	68

A.2 CARACTERÍSTICAS ELÉCTRICAS DEL SISTEMA DE EXCITACIÓN

Excitación de alto voltaje:

Capacitancia, μF	0,007
Inductancia, μF	360
Resistencia en serie entre electrodos, Ω	Residual
Pico de la salida de potencial, V	20000
Potencial primario, V	240 a 260
Corriente de radio-frecuencia, A	$9,0 \pm 0,1$
Descargas por segundo	240

A.3 CARACTERÍSTICAS DE EXPOSICIÓN

Ancho de la rendija	50
Ancho de la rendija primaria receptora, m	75 a 150
Apagado de la lámpara de fatiga antes de exposición, s	3
Preflujo de Nitrógeno o Argón, s	3 a 5

Período de pre-excitación, s.	0
Período de excitación con 99,9% Al, s.	20,0

A.4 CARACTERISTICAS DEL FLUJO DE GAS

- A.4.1 La velocidad del flujo de Nitrógeno o Argón depende del tipo de atmósfera controlada de cada equipo en particular.
- A.4.2 En general la velocidad del flujo de gas en la zona de descarga debe estar entre 0,047 a 0,077 l/s en condiciones normales de temperatura y presión.
- A.4.3 En caso de utilizar atmósfera de Nitrógeno una velocidad de flujo ajustada debe producir una marca de quemado color negro de 12 a 13 mm de diámetro y debajo de ésta un orificio con diámetro de 6 u 8 mm y la atmósfera de Argón debe producir una marca de quemado color blanco.

A.5 CARACTERISTICAS DEL SISTEMA DE MEDIDA

- A.5.1 El sistema de medida debe consistir de fototubos que tengan un ajuste individual de voltaje.
- A.5.2 Capacitores en los cuales la salida de los fototubos pueda almacenarse y amplificarse.
- A.5.3 Un sistema de registro capaz de indicar el voltaje en los capacitadores.
- A.5.4 El ajuste de potencial en cada fototubo debe ser controlado por un reostato que se llama atenuador.
- A.5.5 Cada elemento puede usar uno o más canales dependiendo de la concentración que ha de ser cubierta.
- A.5.6 La longitud de onda para un determinado elemento o canal debe seleccionarse según su aplicación o rango.
- A.5.7 La relación entre la energía radiante de una línea, a la energía de la línea del patrón interno, debe registrarse en un papel milimetrado Vs concentración de la muestra, alternativamente también pueden usarse impresores automáticos o computadoras.

COVENIN
793-88

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Tel. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

CDU: 669.715

ISBN 980 - 06 - 0331 - X

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
