

**NMX-Y-294-SCFI-1999**

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - INGREDIENTES  
PARA ALIMENTACIÓN ANIMAL - ÓXIDO DE ZINC ( ZnO ) -  
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - INGREDIENTS FOR  
ANIMAL FEED - ZINC OXIDE ( ZnO ) - SPECIFICATIONS AND  
TEST METHODS**

## P R E F A C I O

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

- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACIÓN  
Sección de Fabricantes de Alimentos Balanceados.
  
- CENTRO DE CONTROL AGROINDUSTRIAL, S.A.
  
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE ALIMENTOS PARA ANIMALES  
Subcomité de Minerales.
  
- FLAGA, S.A. DE C.V.
  
- LA HACIENDA, S.A. DE C.V.
  
- NUTRIMENTOS MINERALES DE HIDALGO, S.A.
  
- PURINA, S.A.
  
- SAARKA, S.A. DE C.V.
  
- ZINC NACIONAL, S.A.

## ÍNDICE DEL CONTENIDO

<b>Número del capítulo</b>		<b>Página.</b>
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Referencias	1
3	Definiciones	2
4	Clasificación	2
5	Especificaciones	2
6	Muestreo	4
7	Métodos de prueba	4
8	Etiquetado y envase	22
9	Bibliografía	23
10	Concordancia con normas internacionales	23

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - INGREDIENTES  
PARA ALIMENTACIÓN ANIMAL - ÓXIDO DE ZINC ( ZnO ) -  
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - INGREDIENTS FOR  
ANIMAL FEED - ZINC OXIDE ( ZnO ) - SPECIFICATIONS AND  
TEST METHODS**

**0 INTRODUCCIÓN**

El óxido de zinc es una sal mineral que corresponde a la fórmula molecular ZnO.

**1 OBJETIVO Y CAMPO DE LA APLICACIÓN**

Esta norma mexicana establece las especificaciones mínimas de calidad aplicables al producto denominado óxido de zinc, así como determinar los parámetros de composición del mismo para ser utilizado como ingrediente en la alimentación animal.

**2 REFERENCIAS**

Para la correcta aplicación de esta norma se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes:

- |           |   |
|-----------|---|
| NMX-B-231 | Cribas para clasificación de materiales granulares. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 9 de enero de 1991.                       |
| NMX-Y-031 | Productos para uso agropecuario - Determinación del pH. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de abril de 1986.                  |
| NMX-Y-111 | Muestreo de alimentos balanceados e ingredientes mayores para animales. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 4 de octubre de 1976. |

NMX-Y-310-SCFI                      Productos para uso agropecuario y consumo animal -  
Determinación de metales - Método espectrofotométrico  
de absorción atómica - Método de prueba. Declaratoria  
de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación  
el 11 de enero de 1996.

### **3                      DEFINICIONES**

Para los propósitos de esta norma se establecen las siguientes definiciones:

#### **3.1                      Humedad residual**

Cualquier cantidad de agua que sin formar parte del producto se encuentra presente en la sal como contaminante, también conocida como agua de adherencia.

#### **3.2                      Óxido de zinc**

Es aquella sal resultante de un proceso químico que involucra varias operaciones hasta obtener una fuente sintética de zinc soluble en ácidos y álcalis que se emplea como ingrediente para la alimentación animal.

### **4                      CLASIFICACIÓN DEL PRODUCTO**

El producto objeto de la aplicación de esta norma comprende al óxido de zinc grado alimenticio animal el cual es obtenido a partir de minerales concentrados de zinc y materiales secundarios, mediante el llamado proceso americano.

### **5                      ESPECIFICACIONES**

El óxido de zinc grado alimenticio animal, debe cumplir con las siguientes especificaciones:

#### **5.1                      Sensoriales**

El óxido de zinc grado alimenticio animal, debe cumplir con las siguientes especificaciones sensoriales:

Color	Café
Olor	Inodoro
Sabor	Insaboro
Aspecto	Polvo fino

## 5.2 Físicas

El óxido de zinc seco, grado alimenticio animal, debe cumplir con las especificaciones físicas indicadas en la tabla 1, además de la siguiente:

### 5.2.1 Granulometría

Retenido en malla de 0,045 mm de abertura (Malla 325) 6,0 % máx.

Pasa la malla de 0,045 mm de abertura (Malla 325) 94,0 % mín.

Se recomienda consultar la norma mexicana NMX-B-231 (véase 2 Referencias).

**TABLA 1. Densidad aparente**

Parámetros	Especificación	Métodos de prueba
Densidad aparente	1,602 g/cm <sup>3</sup> - 2,243 g/cm <sup>3</sup>	véase inciso 7.1
% de materia insoluble en ácidos (ácido clorhídrico, ácido nítrico)	2,0 % máx.	véase inciso 7.6
% de insolubles en ácido acético	1,0 % máx.	véase inciso 7.7

## 5.3 Características químicas

El producto objeto de la aplicación de esta norma se designa como óxido de zinc (ZnO), cuya masa molecular es de 81,38 g/mol y debe cumplir con las especificaciones químicas indicadas en la tabla 2.

**TABLA 2. Especificaciones químicas**

Parámetros	Especificación	Métodos de prueba
Humedad residual	0,1 % máx.	véase inciso 7.5
Oxido de Zinc (ZnO)	89,6 % mín.	véase inciso 7.2
Zinc (Zn)	72,0 % mín.	véase inciso 7.2
pH	10 ± 1,0	NMX-Y-031-SCFI
Pérdida por calcinación	0,5 % mín.	véase inciso 7.9
% de materia insoluble en ácidos (ácido clorhídrico, ácido nítrico)	2,0 % máx.	véase inciso 7.6
% de insolubles en ácido acético	1,0 % máx.	véase inciso 7.8
<b>Impurezas</b>		
Azufre (SO <sub>3</sub> )	0,30 % máx.	véase inciso 7.3
Calcio (CaO)	2,85 % máx.	véase inciso 7.4
Cadmio (Cd)	0,01 % máx.	NMX-Y-310-SCFI
Cobre (Cu)	0,05 % máx.	NMX-Y-310-SCFI
Fierro (Fe)	2,0 % máx.	véase inciso 7.7
Plomo (Pb)	0,05 % máx.	NMX-Y-310-SCFI

#### 5.4 Contaminantes metálicos

El producto objeto de la aplicación de esta norma no debe contener contaminantes metálicos ya que representan un riesgo para la salud animal. Lo anterior se verifica de acuerdo a lo indicado en el inciso 7.9.

### 6 MUESTREO

El muestreo del producto puede ser establecido de común acuerdo entre productor y comprador, recomendándose el uso de la norma mexicana NMX-Y-111 (véase 2 Referencias).

### 7 MÉTODOS DE PRUEBA

Para la verificación de las especificaciones físicas y químicas que se establecen en esta norma, se deben aplicar las normas mexicanas que se indican en el capítulo 2 Referencias, y las que a continuación se establecen:

#### 7.1 Determinación de la densidad aparente

##### 7.1.1 Fundamento

Verificar que una cantidad de sal mineral, cabe en un volumen determinado.

##### 7.1.2 Aparatos

- Balanza con aproximación de  $\pm 0,1$  g;
- Recipiente cilíndrico de  $100\text{ cm}^3$ , y
- Embudo.

##### 7.1.3 Procedimiento

Determinar la masa del recipiente cilíndrico vacío y anotar el resultado, a continuación colocar el embudo al recipiente cilíndrico de tal forma que embone perfectamente. Llenar el recipiente con el óxido de zinc dejando caer éste por las paredes del embudo y esperar un minuto para que se asiente, retirar el embudo cuidadosamente hacia arriba y después horizontalmente hacia un lado; enrasar el polvo sobrante y determinar la masa. Restar la masa registrada del recipiente vacío y determinar la masa de la muestra. Repetir la operación un mínimo de tres veces.

##### 7.1.4 Expresión de resultados

Determinar el valor de la densidad aparente por medio de la siguiente fórmula:

$$D = \frac{m}{100}$$

donde:

D es la densidad aparente expresada en gramos por centímetro cúbico ( $\text{g/cm}^3$ ), y  
m es la masa en gramos (g) de la muestra.

El promedio de los resultados obtenidos se reporta como la densidad aparente del mineral expresada en gramos por centímetro cúbico.

#### 7.1.5 Informe de resultados

El informe de la prueba debe contener los siguientes datos:

- Nombre de la prueba;
- Fecha de realización de la prueba;
- Nombre del analista;
- Descripción de la muestra;
- Observaciones, y
- Cálculos y resultados.

### 7.2 Determinación de la pureza del óxido de zinc

#### 7.2.1 Fundamento

La muestra se disuelve con ácido clorhídrico, ácido nítrico y ácido sulfúrico; el contenido de zinc es determinado volumétricamente por titulación con ferrocianuro de potasio utilizando molibdato de amonio como indicador externo hasta el vire a color café.

#### 7.2.2 Reactivos y materiales

##### 7.2.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Así como, cuando se indique agua, debe entenderse como agua desmineralizada.

- Ácido clorhídrico (HCl);
- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ );
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ );
- Ferrocianuro de potasio ( $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3(\text{H}_2\text{O})$ );
- Ferricianuro de potasio ( $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ );
- Carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ );
- Cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ );



- Hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ );
- Persulfato de amonio ( $\text{NH}_4\text{S}_2\text{O}_8$ );
- Naranja de metilo;
- Molibdato de amonio  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ;
- Lámina de zinc;
- Granalla de plomo, y
- Agua.

#### 7.2.2.2 Materiales

- 1 Bureta graduada de  $50\text{ cm}^3$ ;
- 1 Embudo de filtración de tallo largo;
- 1 Vaso de precipitados de  $250\text{ cm}^3$ ;
- 3 Vasos de Precipitado de  $400\text{ cm}^3$ ;
- 4 Vidrios de reloj para vaso de  $250$  y  $500\text{ cm}^3$ ;
- 1 Probeta graduada de  $50\text{ cm}^3$ ;
- Papel pH litmus. (rojo) ;
- Papel filtro número 41;
- Agitador de vidrio con capuchón;
- Placa de porcelana de  $20\text{ cm} \times 20\text{ cm}$  para la titulación;
- Pizeta de 1 L;
- 1 Frasco de color ámbar de  $1000\text{ cm}^3$ ;
- 1 Frasco con gotero color ámbar de  $100\text{ cm}^3$ ;
- 1 Matraz volumétrico de  $100\text{ cm}^3$ ;
- 1 Pipeta volumétrica de  $15\text{ cm}^3$ ;
- 2 Pipetas volumétricas de  $10\text{ cm}^3$  , y
- 1 Pipeta volumétrica de  $5\text{ cm}^3$ .

#### 7.2.3 Aparatos

- Balanza analítica, y
- Parrilla de calentamiento.

#### 7.2.4 Preparación de las soluciones

- Solución de ferrocianuro de potasio

Disolver 22 g de ferrocianuro de potasio en agua. Colocar en un matraz volumétrico de 1 L. Adicionar 295 mg de ferricianuro de potasio y 200 mg de carbonato de sodio y completar a 1 L con agua a la temperatura ambiente. Almacenar en un frasco oscuro.

- Solución indicadora de molibdato de amonio

Disolver 0,10 g de molibdato de amonio en un matraz volumétrico de  $100\text{ cm}^3$ . Aforar con agua. Almacenar en frasco gotero oscuro.

- Solución indicadora de naranja de metilo

Disolver 0,10 g de naranja de metilo en un matraz volumétrico de  $100\text{ cm}^3$ . Aforar con agua.

#### 7.2.4.1 Procedimiento para la estandarización de la solución de ferrocianuro de potasio

Determinar la masa de 0,150 g de zinc dentro de un vaso de 400 cm<sup>3</sup> y disolver en 10 cm<sup>3</sup> de agua y 15 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico, adicionar 2 g de cloruro de amonio, diluir a 300 cm<sup>3</sup> neutralizar con hidróxido de amonio. Agregar tres gotas de naranja de metilo, acidificar con ácido clorhídrico, adicionar 10 g de granalla de plomo y llevar a ebullición por 3 min. Adicionar 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y seguir ebullición por 5 min. Titular con la solución de ferrocianuro de potasio utilizando molibdato de amonio como indicador externo sobre una placa de porcelana hasta el primer vire a café.

#### 7.2.4.2 Determinación del blanco

Disolver 2 g de cloruro de amonio con 300 cm<sup>3</sup> de agua dentro de un vaso 400 cm<sup>3</sup> Acidificar con ácido clorhídrico, adicionar 10 g de granalla de plomo y calentar a ebullición por 3 min; adicionar 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y seguir calentando. Titular con la solución de ferrocianuro de potasio utilizando molibdato de amonio como indicador externo sobre una placa de porcelana hasta el vire café.

#### 7.2.5 Procedimiento

- a) Determinar la masa de 0,250 g de muestra y transferirlos a un vaso de 250 cm<sup>3</sup> . Humedecer con agua destilada y digerir con 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico, 5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico y 10 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico. Calentar a sequedad hasta desprendimiento de humos blancos de SO<sub>3</sub>. Retirar del calor y dejar enfriar.
- b) Lavar con agua la tapa y las paredes del vaso, procurando dejar un volumen de 50 cm<sup>3</sup>. Hervir para disolver, retirar del calor y agregar cuidadosamente 4g de cloruro de amonio, 100 mg de persulfato de amonio y 30 cm<sup>3</sup> de hidróxido de amonio.
- c) Hervir por 15 min y filtrar recibiendo el filtrado en un vaso de 400 cm<sup>3</sup>.
- d) Para asegurar una completa disolución del zinc, adicionar una pequeña cantidad de cloruro de amonio a los residuos del papel filtro, así como 5 cm<sup>3</sup> de hidróxido de amonio.
- e) Posteriormente lavar los residuos 6 veces con agua destilada caliente.
- f) Agregar al filtrado una gota de naranja de metilo, neutralizar con ácido clorhídrico y añadir 10 cm<sup>3</sup> en exceso. Diluir con agua destilada hasta un volumen de 300 cm<sup>3</sup> y agregar 10 g de granalla de plomo. Hervir por 10 min.
- g) Sacar del calor y titular en caliente con una solución valorada de ferrocianuro de potasio, utilizando como indicador externo molibdato de amonio sobre una placa de porcelana hasta el primer vire a café.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**

**8/23**

#### 7.2.6 Expresión de resultados

7.2.6.1 El título o valoración de la solución de ferrocianuro de potasio se determina con la siguiente fórmula:

$$\text{TITULO (T)} = \frac{G}{(V_1 - V_2)}$$

donde:

G son los gramos de zinc en la determinación de la masa original;  
V<sub>1</sub> son los cm<sup>3</sup> de ferrocianuro de potasio utilizados en la valoración del zinc, y  
V<sub>2</sub> son los cm<sup>3</sup> de ferrocianuro de potasio utilizados para el blanco.

7.2.6.2 El por ciento de zinc como ZnO se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de ZnO} = \frac{V \times T \times 1,245}{m} \times 100$$

donde:

V son los cm<sup>3</sup> de ferrocianuro de potasio utilizados para la muestra;  
T es el título de la solución;  
m son los gramos de muestra utilizados, y  
1,245 es el peso molecular del ZnO (81,38) / el peso molecular del Zn (65,38).

7.2.6.3 El por ciento de zinc se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de Zn} = \frac{V \times T}{m} \times 100$$

donde:

V son los cm<sup>3</sup> de ferrocianuro de potasio utilizados para la muestra;  
T es el título de la solución, y  
m son los gramos de muestra utilizados.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**9/23**

7.2.7 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

### 7.3 Determinación de azufre

#### 7.3.1 Fundamento

Procedimiento gravimétrico mediante el cual el azufre presente en la muestra es separado por precipitación al hacerlo reaccionar con cloruro de bario.

#### 7.3.2 Reactivos y materiales

##### 7.3.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan son de grado analítico a menos que se indique otra cosa. Así como, cuando se indique agua, debe entenderse como agua desmineralizada.

- Cloruro de bario ( $\text{BaCl}_2$ );
- Cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ );
- Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ );
- Ácido clorhídrico saturado con bromo;
- Carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ );
- Hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), y
- Agua.

##### 7.3.2.2 Materiales

- 1 Bureta de  $25 \text{ cm}^3$ ;
- 1 Embudo de tallo largo;
- 1 Matraz volumétrico aforado de  $250 \text{ cm}^3$ ;
- 1 Matraz kitazato con adaptador para crisoles;
- 1 Pipeta graduada de  $10 \text{ cm}^3$ ;
- 1 Pipeta graduada de  $5 \text{ cm}^3$ ;
- 1 Probeta graduada de  $50 \text{ cm}^3$ ;
- Papel filtro número 41;
- 1 Vaso de precipitados de  $400 \text{ cm}^3$ ;
- 1 Crisol Gooch, y
- 1 Pizeta de 1 L.

#### 7.3.3 Aparatos

- Balanza analítica;
- Parrilla de calentamiento;
- Mufla, y
- Bomba de vacío.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**

**10/23**

#### 7.3.4 Preparación de las solución

- Solución de cloruro de bario

Disolver 117 g de cloruro de bario en agua y aforar a 1 L.

#### 7.3.5 Procedimiento analítico

- a) Determinar la masa de 1,0 g de muestra en un vaso de precipitados de 400 cm<sup>3</sup> con una aproximación de 0,1 mg,.
- b) Añadir 10 cm<sup>3</sup> de agua, 3 g de cloruro de amonio y 5 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico saturado con bromo.
- c) Calentar en un baño de vapor durante 15 min.
- d) Añadir 50 cm<sup>3</sup> de agua, neutralizar con carbonato de sodio totalmente anhidro; mantener en ebullición de 10 min a 15 min.
- e) Dejar reposar y aforar a 250 cm<sup>3</sup> con agua caliente.
- f) Filtrar y realizar un enjuague con agua caliente.
- g) Redisolver el residuo en ácido clorhídrico, reprecipitar añadiendo nuevamente 10 cm<sup>3</sup> de agua, 3 g de cloruro de amonio y 5 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico saturado con bromo y repetir el proceso anterior.
- h) Juntar los filtrados y acidificarlos con ácido clorhídrico adicionando 5 cm<sup>3</sup> en exceso. Hervir de 10 min a 15 min.
- i) Neutralizar con hidróxido de amonio y añadir 6 gotas de ácido clorhídrico.
- j) Calentar hasta ebullición y adicionar 25 cm<sup>3</sup> de solución de cloruro de bario gota a gota y con agitación constante.
- k) Dejar reposar en un lugar caliente por lo menos 2 h.
- l) Filtrar utilizando un crisol Gooch de masa conocida o un papel filtro de textura fina y lavar bien con agua caliente.
- m) Secar y calcinar en una mufla.
- n) Dejar enfriar y calcinar hasta masa constante. Determinar la masa del residuo calcinado el cual corresponde al sulfato de bario precipitado.

#### 7.3.6 Expresión de resultados

El por ciento de azufre expresado como SO<sub>3</sub> se determina con la siguiente fórmula:

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**11/23**

$$\% S_{O_3} = \frac{[m_1 \times 0,343]}{m_2} \times 100$$

donde:

$m_1$  es la masa de sulfato de bario precipitado en gramos;  
 $m_2$  es la masa en gramos de la muestra seca, y  
0,343 factor gravimétrico:  $\text{SO}_3/\text{BaSO}_4$  (80,07/233,43).

### 7.3.7 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

## 7.4 Determinación de óxido de calcio

### 7.4.1 Fundamento

La solución de calcio después de separarla de elementos interferentes es tratada en medio amoniacal con oxalato de amonio, y el oxalato de calcio obtenido es disuelto con ácido sulfúrico y titulado con una solución de permanganato de potasio.

### 7.4.2 Reactivos y materiales

#### 7.4.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico a menos que se indique otra cosa. Así como, cuando se indique agua, debe entenderse como agua desmineralizada.

- Permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ );
- Oxalato de amonio ( $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_4$ );
- Sulfato ferroso amoniacal (Sal de Mohr);
- Persulfato de amonio ( $\text{NH}_4\text{S}_2\text{O}_8$ );
- Cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ );
- Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ );
- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ );
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), y
- Hidróxido amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ).

#### 7.4.2.2 Materiales

- 2 Vasos de precipitados de 400  $\text{cm}^3$ ;
- 2 Vasos de precipitados de 100  $\text{cm}^3$ ;
- 2 Vasos de precipitados de 250  $\text{cm}^3$ ;

**NMX-Y-294-SCFI-1999**

**12/23**

- 3 Vidrios de reloj para vasos de 100  $\text{cm}^3$ , 250  $\text{cm}^3$  y 400  $\text{cm}^3$ ;
- Papel filtro número 41;
- 1 Probeta graduada de 100  $\text{cm}^3$ ;
- 1 Pizeta de 1 L;
- Agitador con capuchón;
- 1 Pipeta volumétrica de 10  $\text{cm}^3$ ;

- 2 Pipetas volumétricas de 5 cm<sup>3</sup>;
- 1 Pipeta volumétrica de 20 cm<sup>3</sup>;
- 4 Embudos de tallo largo, y
- 1 Bureta graduada de 50 cm<sup>3</sup>.

#### 7.4.3 Aparatos.

- Balanza analítica, y
- Parrilla de calentamiento.

#### 7.4.4 Preparación de las soluciones

- Solución de permanganato de potasio

Disolver 5,637 5 g de permanganato de potasio en agua y aforar a 1 000 cm<sup>3</sup>

- Solución de oxalato de amonio

Disolver 10 g de oxalato de amonio en 100 cm<sup>3</sup> de agua.

##### 7.4.4.1 Procedimiento para la estandarización de la solución de permanganato de potasio

Determinar la masa de 1,400 g de sulfato ferroso amoniacal (Sal de Mohr) y disolver en 200 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico (al 5%), hervir y titular en caliente con la solución de permanganato de potasio hasta el primer tinte rosado.

#### 7.4.5 Procedimiento (Determinación de óxido de calcio en la muestra)

- a) Determinar la masa de 0,500 g de muestra y transferirlos a un vaso de 100 cm<sup>3</sup>, añadir 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y 5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico llevar a sequedad y una vez seco dejar calentando 20 min.
- b) Retirar del calor y redisolver con 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico; hervir por 2 min a 3 min, diluir con agua hasta aproximadamente 75 cm<sup>3</sup> y agregar de 1 g a 2 g de cloruro de amonio.
- c) Poner a hervir nuevamente, retirar del calor, filtrar recibiendo el filtrado en un vaso de 250 cm<sup>3</sup> y lavar 3 veces con agua caliente.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**13/23**

- d) Agregar al vaso original 5 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y 1 g de cloruro de amonio. Filtrar y realizar 3 lavados con agua caliente.
- e) Agregar al filtrado de 100 mg a 200 mg de persulfato de amonio y 50 cm<sup>3</sup> de hidróxido de amonio, hervir por 5 min y filtrar, recibiendo el filtrado en un vaso de 400 cm<sup>3</sup>. Lavar el filtro de 4 a 5 veces con agua caliente.

- f) Al filtrado anterior agregar 5 cm<sup>3</sup> de hidróxido de amonio y hervir por 3 min.
- g) Agregar 20 cm<sup>3</sup> de solución de oxalato de amonio al 10 % y hervir por 3 min; retirar del calor, filtrar y lavar 9 veces con agua caliente .
- h) El filtro y el residuo se transfieren a un vaso de 400 cm<sup>3</sup> que contiene 200 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico al 5%, caliente.
- i) Titular en caliente con una solución estándar de permanganato de potasio hasta la aparición de un tinte rosado permanente en la solución.

#### 7.4.6 Expresión de resultados

7.4.6.1 El título o valoración de la solución de permanganato de potasio se determina con la siguiente fórmula:

$$F = \frac{Fe}{V}$$

donde:

Fe son los gramos de hierro en la sal de Mohr, y  
 V son los cm<sup>3</sup> de permanganato de potasio utilizados en la valoración.

NOTA.- Para encontrar el factor de CaO (T) basta multiplicar el factor de Fe (F) por 0,5023.

7.4.6.2 El por ciento de CaO en la muestra se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ CaO} = \frac{V \times T}{m} \times 100$$

donde:

V es el volumen de permanganato de potasio utilizado para la muestra;  
 T es el título de la solución de permanganato de potasio considerando el equivalente del CaO, y  
 m son los gramos de muestra.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**14/23**

#### 7.4.7 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

#### 7.5 Determinación de humedad



### 7.5.1 Fundamento

En el método de volatilización indirecto se determina el agua por la pérdida en masa de la muestra, cuando el agua que contiene se elimina por calentamiento o por exposición en una atmósfera seca. Este método sólo se aplica cuando el agua es el único componente volátil y el residuo no varía de masa como resultado de oxidaciones.

Cuando la muestra se descompone por efecto de la temperatura necesaria para eliminar el agua, se evita la descomposición secando en la estufa de vacío a una temperatura tan baja como de 70°C a 80°C.

### 7.5.2 Materiales

- Crisol de porcelana (número 0);
- Desecador para crisoles, y
- Pinzas para crisol.

### 7.5.3 Aparatos

- Balanza analítica, y
- Estufa de vacío.

### 7.5.4 Procedimiento

- a) Secar un crisol de porcelana (número 0) en la estufa a una temperatura de 100°C a 110° C, por una hora.
- b) Transferir a un desecador y dejar enfriar a la temperatura ambiente, determinar la masa y tomar nota.
- c) Repetir el calentamiento por quince minutos hasta lograr masa constante. Si la diferencia en masa es menor o igual a 0,1 mg tomar como tara del crisol el último valor obtenido.

NOTA.- Es de importancia manejar los crisoles por medio de pinzas para evitar aumento en la tara.

- d) Determinar exactamente la masa de 1,000 g de muestra en el crisol de porcelana previamente tarado y llevar a la estufa a una temperatura de 70°C a 80°C durante una hora.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**

**15/23**

- e) Sacar el crisol de la estufa, enfriar en un desecador y determinar la masa rápidamente y tomar nota.

- f) Llevar nuevamente a la estufa por 10 min. Enfriar en un desecador y determinar la masa nuevamente. Si se encuentra diferencia entre las dos determinaciones se repite la operación hasta masa constante.

### 7.5.5 Expresión de resultados

$$\% \text{ Humedad} = \frac{GP}{G} \times 100$$

donde:

GP son los gramos de pérdida en masa, y  
G son los gramos de muestra.

#### 7.5.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

### 7.6 Determinación de materia insoluble en ácido clorhídrico y en ácido nítrico

#### 7.6.1 Fundamento

El análisis de insoluble consiste en la separación del material insoluble en ácido clorhídrico y ácido nítrico. Generalmente este material consiste de óxido de silicio conteniendo cantidades variables de óxido férrico, óxido de aluminio, así como algo de material primitivo si la descomposición con ácido clorhídrico fue incompleta. En casos especiales el óxido de silicio precipitado puede estar también contaminado con sulfato de bario, sulfato de estroncio, sulfato de calcio, sulfato de plomo y cloruro de plata, siendo insignificante, en la mayor parte de los casos, la cantidad de impurezas.

#### 7.6.2 Reactivos y materiales

##### 7.6.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico a menos que se indique otra cosa. Así como, cuando se indique agua, debe entenderse como agua desmineralizada.

- Ácido clorhídrico (HCl);
- Ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>), y
- Cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl).

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**16/23**

##### 7.6.2.2 Materiales

- 1 Vaso precipitados de 100 cm<sup>3</sup>;
- 1 Vaso de precipitados de 250 cm<sup>3</sup>;
- 1 Vidrio de reloj para vasos de 100 y 400 cm<sup>3</sup>;
- 2 Embudos de tallo largo; ;
- 1 Probeta graduada de 20 cm<sup>3</sup>;
- 1 Agitador con capuchón;
- 1 Pipeta volumétrica de 10 cm<sup>3</sup>;
- 1 Pipeta volumétrica de 5 cm<sup>3</sup>, y

- 1 Papel filtro número 41.

### 7.6.3 Aparatos

- Parrilla de calentamiento;
- Balanza analítica, y
- Mufla.

### 7.6.4 Procedimiento

- Determinar la masa de 0,50 g de muestra y transferirlos a un vaso de 100 cm<sup>3</sup>, agregar 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y 5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico; llevar a sequedad y una vez seco dejar en la estufa durante 20 min.
- Retirar del calor y recuperar con 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico, hervir por 2 min a 3 min, diluir con agua a 75 cm<sup>3</sup> y agregar de 1 g a 2 g de cloruro de amonio; poner a hervir de nuevo; retirar del calor y filtrar recibiendo el filtrado en un vaso de 250 cm<sup>3</sup>
- Lavar 3 veces con agua caliente, colocar en el vaso original 5 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y de 1 g a 2 g de cloruro de amonio, lavando bien el vaso, filtrar y finalmente realizar 3 lavados con agua caliente.
- Quemar y calcinar el filtro en la mufla y una vez frío registrar la masa y considerarla como material insoluble.

### 7.6.5 Expresión de resultados

$$\% \text{ Insoluble} = \frac{MC}{M} \times 100$$

donde:

MC son los gramos de la muestra calcinada, y  
M son los gramos de la muestra.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**17/23**

### 7.6.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

## 7.7 Determinación de hierro

### 7.7.1 Fundamento

En la muestra el hierro férrico es reducido a ferroso por la adición de granalla de plomo y posteriormente oxidado con dicromato de potasio.

La titulación se lleva a cabo en medio ácido y se utiliza como indicador externo ferricianuro de potasio.

## 7.7.2 Reactivos y materiales

### 7.7.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico a menos que se indique otra cosa. Así como, cuando se indique agua, debe entenderse como agua desmineralizada.

- Dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ );
- Ferricianuro de Potasio ( $K_3Fe(CN)_6$ );
- Ácido clorhídrico (HCl);
- Ácido nítrico ( $HNO_3$ );
- Hidróxido de amonio ( $NH_4OH$ );
- Cloruro de amonio ( $NH_4Cl$ );
- Persulfato de Amonio ( $NH_4S_2O_8$ );
- Sulfato ferroso amoniacal. (Sal de Mohr) ( $FeSO_4(NH_4)_2SO.6H_2O$ ), y
- Granalla de plomo asarco.

### 7.7.2.2 Materiales

- 2 Vasos de precipitados de  $100\text{ cm}^3$ ;
- 1 Vaso de precipitados de  $250\text{ cm}^3$ ;
- 1 Vaso de precipitados de  $400\text{ cm}^3$
- 1 Vidrio de reloj para vasos de  $100\text{ cm}^3$ ,  $250\text{ cm}^3$  y  $400\text{ cm}^3$ ;
- 3 Embudos de tallo largo;
- Papel filtro número 41;
- 1 Probeta graduada de  $100\text{ cm}^3$ ;
- 1 Agitador con capuchón;
- Placa de porcelana de  $20\text{ cm} \times 20\text{ cm}$ ;
- Bureta de  $50\text{ cm}^3$ ;
- 1 Pipeta volumétrica de  $10\text{ cm}^3$ ;
- 1 Pipeta volumétrica de  $5\text{ cm}^3$ , y
- 1 Pipeta volumétrica de  $15\text{ cm}^3$ .

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**18/23**

### 7.7.3 Aparatos e instrumentos

- Parrilla de calentamiento;
- Estufa, y
- Pinzas.

### 7.7.4 Preparación de las soluciones

- Solución de dicromato de potasio

Disolver 4,3 g de dicromato de potasio en agua y aforar a  $1\ 000\text{ cm}^3$

- Solución indicadora de ferricianuro de potasio

Disolver 0,100 g de ferricianuro de potasio en 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada.

#### 7.7.4.1 Estandarización de la solución de dicromato de potasio.

Determinar la masa de 0,700 g de sulfato ferroso amoniacal (Sal de Mohr), disolver y diluir a 100 cm<sup>3</sup> titular con la solución de dicromato de potasio a estandarizar usando como indicador ferricianuro de potasio (adicionar 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico antes de titular), hasta que una gota adicionada al indicador sobre una placa de porcelana dé un color amarillo

#### 7.7.5 Procedimiento

- a) Determinar la masa de 0,500 g de muestra y transferirlos a un vaso de 100 cm<sup>3</sup>, añadir 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y 5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico llevar a sequedad y una vez seco dejar en la estufa 20 min.
- b) Retirar del calor y redisolver con 10 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico, hervir por 2 min a 3 min, diluir a 75 cm<sup>3</sup> y agregar de 1 g a 2 g de cloruro de amonio, poner a hervir nuevamente, retirar del calor y filtrar (en papel filtro número 41) recibiendo el filtrado en un vaso de 250 cm<sup>3</sup>; lavar 3 veces con agua caliente.
- c) Agregar al vaso original 5 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y 1 g de cloruro de amonio. Filtrar y dar 3 lavados con agua caliente.
- d) Agregar al filtrado de 100 mg a 200 mg. de persulfato de amonio y 50 cm<sup>3</sup> de hidróxido de amonio, hervir por 5 min. y filtrar, recibiendo el filtrado en un vaso de 400 cm<sup>3</sup>. Lavar el filtro de 4 a 5 veces con agua caliente.
- e) Transferir el precipitado al vaso original con un chorro de agua caliente. Disolver completamente con 15 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico y agregar aproximadamente 5 g de granalla de plomo.
- f) Hervir hasta la desaparición del color amarillo en la solución y transferir a otro vaso de 250 cm<sup>3</sup> cuidando que no pase la granalla de plomo.  
**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**19/23**
- g) Dejar enfriar a temperatura ambiente y titular con la solución estándar de dicromato de potasio utilizando como indicador ferricianuro de potasio, hasta que una gota adicionada al indicador sobre una placa de porcelana dé un color amarillo.

#### 7.7.5 Expresión de resultados

7.7.5.1 El título o valoración de la solución de dicromato de potasio se determina con la siguiente fórmula:

$$T = \frac{\text{Fe}}{\text{_____}}$$

V

donde:

Fe son los gramos de fierro en la sal de Mohr, y  
V son los cm<sup>3</sup> de dicromato de potasio utilizados en la valoración.

7.7.5.2 El por ciento de Fe en la muestra se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Fe} = \frac{V \times T}{m} \times 100$$

donde:

T es el título de la solución de dicromato de potasio;  
V son los cm<sup>3</sup> de dicromato de potasio requeridos para la muestra, y  
m son los gramos de muestra.

7.7.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

7.8 Determinación de insolubles en ácido acético (Metálicos)

7.8.1 Fundamento

El óxido de zinc es disuelto completamente por el ácido acético, no así el zinc metálico y algunas otra impurezas tales como carbón.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**20/23**

7.8.2 Reactivos y materiales

7.8.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan son de grado analítico a menos que se indique otra cosa. Así como, cuando se indique agua, debe entenderse como agua desmineralizada.

- Ácido acético glacial, y
- Agua.

7.8.2.2 Materiales

- 1 Vaso de precipitados de 600 cm<sup>3</sup>;

- 1 Vidrio de reloj para vaso de 600 cm<sup>3</sup>;
- 1 Matraz Kitazato con adaptador para crisol Gooch;
- Papel filtro número 41;
- 1 Agitador de vidrio;
- 1 Crisol Gooch;
- 1 Probeta graduada de 500 cm<sup>3</sup>, y
- 1 Probeta graduada de 50 cm<sup>3</sup>.

### 7.8.3 Aparatos

- Parrilla de calentamiento;
- Bomba de vacío, y
- Estufa con control de temperatura.

### 7.8.4 Procedimiento

- a) Determinar exactamente la masa de 10 g de muestra y transferir a un vaso de 600 cm<sup>3</sup>.
- b) Agregar 450 cm<sup>3</sup> de agua destilada y 50 cm<sup>3</sup> de ácido acético glacial agitar y calentar ocasionalmente hasta que la disolución sea completa. Si existe algún material insoluble, filtrar a través de un crisol Gooch al que previamente se le determinó su masa.
- c) Lavar con agua destilada caliente, secar el filtro 1 h a una temperatura de 105°C a 110°C.

### 7.8.5 Expresión de resultados

El por ciento de insolubles en ácido acético se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Insolubles en ácido acético} = \frac{CM}{M} \times 100$$

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**21/23**

donde:

CM es el incremento en masa del crisol, y  
M es la masa de la muestra.

### 7.8.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

## 7.9 Determinación de la pérdida por calcinación

### 7.9.1 Fundamento

Los compuestos químicos al ser sometidos a temperaturas de 900°C a 1 000°C, pierden el agua esencial o no esencial. Además del agua, pierden también carbonatos por la descarbonatación al volatilizar bióxido de carbono, oxalatos por la volatilización de monóxido de carbono y agua y todos aquellos compuestos químicos que sufran una transformación química por la acción de la temperatura 900°C a 1 000°C, y algunos de sus productos se volatilizan.

#### 7.9.2 Materiales

- Crisol de porcelana;
- Desecador para crisoles;
- Guantes de asbesto, y
- Pinzas para crisol.

#### 7.9.3 Aparatos

- Balanza analítica, y
- Mufla.

#### 7.9.4 Procedimiento

- Calcinar un crisol de porcelana en la mufla de 900°C a 1 000°C, por una hora. Transferir a un desecador con válvula de seguridad en la tapa y dejar enfriar a la temperatura ambiente.
  - Determinar la masa y tomar nota, repetir el calentamiento por 20 min hasta lograr que la masa sea constante. Es de importancia utilizar los guantes de asbesto y manejar los crisoles por medio de pinzas para evitar el aumento de la tara.
  - Determinar exactamente la masa de 1,0 g de muestra seca en el crisol de porcelana previamente tarado y llevar a la mufla a temperatura de 900°C a 1 000°C, durante una hora.
- NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**22/23**
- Sacar el crisol de la mufla, enfriar en un desecador y volver a determinar la masa. Si las dos determinaciones reportan el mismo valor se da por terminada la operación. De no ser así, llevar nuevamente a la mufla y determinar la masa hasta lograr ésta sea constante.

#### 7.9.5 Expresión de resultados

El por ciento de pérdida por calcinación se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de pérdida por calcinación} = \frac{\text{GPM}}{\text{G}} \times 100$$



donde:

GPM son los gramos de pérdida de masa, y  
G son los gramos de la muestra.

#### 7.9.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la información indicada en el inciso 7.1.5.

## 8 ETIQUETADO Y ENVASE

### 8.1 Etiquetado

Para la fácil identificación del producto objeto de la aplicación de esta norma se debe indicar en la etiqueta los siguientes datos:

- Nombre del producto;
- Fecha de la elaboración y/o número de lote;
- Contenido neto en kg;
- Nombre o razón social y dirección del fabricante, y
- Leyenda "HECHO EN MÉXICO" o indicar país de origen.

### 8.2 Envase

El producto objeto de la aplicación de esta norma se debe envasar en recipientes de material adecuado, que garantice la estabilidad del mismo, que evite su contaminación y no altere su calidad ni sus especificaciones.

**NMX-Y-294-SCFI-1999**  
**23/23**

## 9 BIBLIOGRAFÍA

- |                    |  |
|--------------------|--|
| NOM-008-SCFI-1993  | Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el día 14 de octubre de 1993. |
| ASTM-D-3280-85(90) | Test Methods for Analysis of White Zinc Pigments.  |
| Orozco D. Fernando | Análisis Químico Cuantitativo; Quinta edición; Editorial Porrúa, S.A., 1992; 350 pp.                                 |

## 10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

**MÉXICO, D.F. A  
LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS**

**CARMEN QUINTANILLA MADERO**

**JADS/EMC/DLR/mrg**