

NMX-Y-303-SCFI-1999

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - INGREDIENTES
PARA LA ALIMENTACIÓN ANIMAL - SULFATO DE ZINC
(ZnSO₄.H₂O) - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - INGREDIENTS FOR
ANIMAL FEED ZINC SULFATE (ZnSO₄.H₂O) - SPECIFICATIONS
AND TEST METHODS**

PREFACIO

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

Número del capítulo		Página
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 envasado	19
9	Bibliografía	20
10	Concordancia con normas internacionales	20

NMX-Y-303-SCFI-1999CANCELA A LA
NMX-K-045-1955**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - INGREDIENTES
PARA LA ALIMENTACIÓN ANIMAL - SULFATO DE ZINC
(ZnSO₄.H₂O) - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA****PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - INGREDIENTS FOR
ANIMAL FEED ZINC SULFATE (ZnSO₄.H₂O) - SPECIFICATIONS
AND TEST METHODS****0 INTRODUCCIÓN**

El sulfato de zinc monohidratado es una sal mineral que corresponde a la fórmula molecular ZnSO₄.H₂O.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE LA APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece las especificaciones mínimas de calidad aplicables al producto denominado sulfato 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 la presente 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 Agua de hidratación

Es aquella cantidad de agua que se encuentra presente y forma parte de la estructura molecular del producto.

3.2 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.

3.3 Sulfato de zinc monohidratado

Es aquella sal resultante de un proceso químico por vía húmeda en el que se involucran varias operaciones hasta obtener una fuente sintética de zinc soluble en agua y ácidos que se emplea como ingrediente para la alimentación animal.

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

El producto objeto de la aplicación de esta norma comprende al sulfato de zinc monohidratado grado alimenticio animal en sus tres presentaciones el cual es obtenido a partir de concentrados de zinc y materiales secundarios, mediante un proceso de lixiviación con ácido.

5 ESPECIFICACIONES

El sulfato de zinc grado alimenticio animal en sus tres presentaciones, debe cumplir con las siguientes especificaciones:

5.1 Sensoriales.

El producto objeto de la aplicación de esta norma debe cumplir con las especificaciones sensoriales indicadas en la tabla 1.

TABLA 1.- Especificaciones sensoriales

Parámetro	ZnSO ₄ en polvo	ZnSO ₄ granulado fino	ZnSO ₄ granulado grueso
Color	Blanco	Blanco rojizo	Blanco rojizo
Olor	Inodoro	Inodoro	Inodoro
Sabor	Ligeramente amargo	Ligeramente amargo	Ligeramente amargo
Aspecto	Polvo fino	Granulo fino	Granulo grueso

5.2 Físicas

El sulfato de zinc monohidratado, grado alimenticio animal, debe cumplir con las siguientes especificaciones físicas.

5.2.1 Granulometría

ZnSO₄ en polvo Pasa la malla de 0,150 mm de abertura (número 100) 99,5 % mínimo.

ZnSO₄ granulado fino Pasa la malla de 1,180 mm de abertura (número 16) y es retenido por la malla de 0,425 mm de abertura (número 40) el 95,0 %.

ZnSO₄ granulado grueso Pasa la malla de 3,35 mm de abertura (número 6) y es retenido por la malla de 1,19 mm de abertura (número 16) el 95,0 %

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

5.2.2 Densidad aparente

La densidad aparente para los tres tipos de sulfato de zinc debe ser la que se indica en la tabla 2

TABLA 2.- Densidad aparente

Tipo de sulfato de zinc	Densidad aparente (g/cm ³)	Método de prueba
ZnSO ₄ polvo	0,848 - 0,944	véase inciso 7.1
ZnSO ₄ granulado fino	1,376 - 1,472	
ZnSO ₄ granulado grueso	1,408 - 1,504	

5.3 Químicas

El producto objeto de la aplicación de esta norma se designa como sulfato de zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), cuya masa molecular es de 149,50 g/mol y debe cumplir con las especificaciones químicas establecidas en la tabla 3.

TABLA 3.- Especificaciones químicas

Parámetros	ZnSO ₄ polvo	ZnSO ₄ granulado fino	ZnSO ₄ granulado grueso	Métodos de prueba
Zinc (Zn)	35,5 mín.	35,5 mín.	35,5 mín.	véase inciso 7.2
Humedad	0,5 máx.	0,5 máx.	0,5 máx.	véase inciso 7.5
pH	5,5 ± 0,5	5,5 ± 0,5	5,5 ± 0,5	NMX-Y-031
Azufre (S)	17,0 mín.	17,0 mín.	17,0 mín.	véase inciso 7.3
Cadmio (Cd)	0,01 máx.	0,01 máx.	0,01 máx.	NMX-Y-310-SCFI
Cobre (Cu)	0,01 máx.	0,01 máx.	0,01 máx.	NMX-Y-310-SCFI
Fierro (Fe)	0,50 máx.	0,50 máx.	0,50 máx.	véase inciso 7.7
Plomo (Pb)	0,01 máx.	0,01 máx.	0,01 máx.	NMX-Y-310-SCFI
Magnesio (Mg)	0,01 máx.	0,01 máx.	0,01 máx.	NMX-Y-310-SCFI
Arsénico (As)	0,000 1 máx.	0,000 1 máx.	0,000 1 máx.	NMX-Y-310-SCFI
Antimonio (Sb)	0,000 1 máx.	0,000 1 máx.	0,000 1 máx.	NMX-Y-310-SCFI
Mercurio (Hg)	0,000 1 máx.	0,000 1 máx.	0,000 1 máx.	NMX-Y-310-SCFI
Cloruros (Cl ⁻)	1,00 máx.	1,00 máx.	1,00 máx.	véase inciso 7.4
% Material insoluble en ácido	0,10 máx.	0,10 máx.	0,10 máx.	véase inciso 7.6

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 los métodos que a continuación se establecen.

7.1 Determinación de la densidad aparente

7.1.1 Fundamento

Este método se basa en 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 cm^3 , y
- Embudo.

7.1.3 Procedimiento

- a) 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.
- b) Llenar el recipiente con el sulfato 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.
- c) 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

El valor de la densidad aparente se determina con la siguiente fórmula:

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

donde:

D es la densidad aparente expresada en gramos por centímetro cúbico (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 la prueba

El informe de la prueba realizadas 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 sulfato 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, se debe entender como agua desmineralizada.

- Ácido clorhídrico (HCl);
- Ácido nítrico (HNO₃);
- Ácido sulfúrico (H₂SO₄);
- Ferrocianuro de potasio (K₄Fe(CN)₆·3H₂O);
- Ferricianuro de potasio (K₃Fe(CN)₆);
- Carbonato de sodio (Na₂CO₃);
- Cloruro de amonio (NH₄Cl);
- Hidróxido de amonio (NH₄OH);
- Persulfato de amonio (NH₄S₂O₈);
- Naranja de metilo;
- Molibdato de amonio [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O];
- Lámina de zinc;
- Granalla de plomo, y
- Agua.

7.2.2.1.1 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.

NMX-Y-303-SCFI-1999

7/20

- Solución indicadora de molibdato de amonio

Disolver 0,10 g de molibdato de amonio en un matraz volumétrico de 100 cm³. 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 cm³. Aforar con agua.

- Estandarización de la solución de ferrocianuro de potasio

Determinar la masa de 0,150 g de zinc dentro de un vaso de 400 cm³ y disolver en 10 cm³ de agua y 15 cm³ de ácido clorhídrico. Adicionar 2 g de cloruro de amonio, diluir a 300 cm³ 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 cm³ de ácido clorhídrico y seguir ebullendo 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.

- Determinación del blanco

Disolver 2 g de cloruro de amonio con 300 cm³ de agua dentro de un vaso 400 cm³. Acidificar con ácido clorhídrico, adicionar 10 g de granalla de plomo y calentar a ebullición por 3 min. Adicionar 10 cm³ 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 a café.

7.2.2.2 Materiales

- 1 Bureta graduada de 50 cm³;
- 1 Embudo de filtración de tallo largo;
- 1 Vaso de precipitados de 250 cm³;
- 3 Vasos de Precipitado de 400 cm³;
- 4 Vidrios de reloj para vaso de 250 cm³ y 500 cm³;
- 1 Probeta graduada de 50 cm³;
- Papel pH litmus. (rojo) ;
- Papel filtro número 41;
- Agitador de vidrio con capuchón;
- Placa de porcelana de 20 cm x 20 cm para la titulación;
- Pizeta de 1 L;
- 1 Frasco de color ámbar de 1 000 cm³;
- 1 Frasco con gotero color ámbar de 100 cm³;
- 1 Matraz volumétrico de 100 cm³;
- 1 Pipeta volumétrica de 15 cm³;
- 2 Pipetas volumétricas de 10 cm³, y
- 1 Pipeta volumétrica de 5 cm³.

NMX-Y-303-SCFI-1999

8/20

7.2.3 Aparatos

- Balanza analítica, y
- Parrilla de calentamiento.

7.2.4 Procedimiento

- a) Determinar la masa de 0,250 g de muestra y transferirlos a un vaso de 250 cm³.
- b) Humedecer con agua destilada y digerir con 10 cm³ de ácido clorhídrico, 5 cm³ de ácido nítrico y 10 cm³ de ácido sulfúrico.
- c) Calentar a sequedad hasta desprendimiento de humos blancos de SO₃. Retirar del calor y dejar enfriar.
- d) Lavar con agua la tapa y las paredes del vaso procurando dejar un volumen de 50 cm³.
- e) Hervir para disolver, retirar del calor y agregar cuidadosamente 4g de cloruro de amonio, 100 mg de persulfato de amonio y 30 cm³ de hidróxido de amonio.
- f) Hervir por 15 min y filtrar recibiendo el filtrado en un vaso de 400 cm³.
- g) Para asegurar una completa disolución del zinc, adicionar una pequeña cantidad de cloruro de amonio a los residuos del papel filtro, así como 5 cm³ de hidróxido de amonio.
- h) Posteriormente, lavar los residuos 6 veces con agua destilada caliente.
- i) Agregar al filtrado una gota de naranja de metilo, neutralizar con ácido clorhídrico y añadir 10 cm³ en exceso.
- j) Diluir con agua destilada hasta un volumen de 300 cm³ y agregar 10 g de granalla de plomo. Hervir por 10 min.
- k) 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.

7.2.5 Expresión de resultados

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

$$T = \frac{m}{(V_1 - V_2)}$$

NMX-Y-303-SCFI-1999
9/20

donde:

T es el título o valoración

m es la masa de zinc en la determinación original expresada en g;
V₁ son los cm³ de ferrocianuro de potasio utilizados en la valoración del zinc, y
V₂ son los cm³ de ferrocianuro de potasio utilizados para el blanco.

7.2.5.2 El % de zinc se determina con la siguiente fórmula:

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

donde:

V son los cm³ de ferrocianuro de potasio utilizados para la muestra;
T es el título de la solución, y
m son los gramos de muestra utilizados.

7.2.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los datos indicados 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 (BaCl₂);
- Cloruro de amonio (NH₄Cl);
- Ácido clorhídrico (HCl);
- Ácido clorhídrico saturado con bromo;
- Carbonato de sodio (Na₂CO₃);
- Hidróxido de amonio (NH₄OH), y
- Agua.

NMX-Y-303-SCFI-1999
10/20

7.3.2.1.1 Preparación de la solución de cloruro de bario

Disolver 117 g de cloruro de bario en agua y aforar a un litro.

7.3.2.2 Materiales

- 1 Bureta de 25 cm³;
- 1 Embudo de tallo largo;
- 1 Matraz volumétrico aforado de 250 cm³;
- 1 Matraz kitazato con adaptador para crisoles;
- 1 Pipeta graduada de 10 cm³;
- 1 Pipeta graduada de 5 cm³;
- 1 Probeta graduada de 50 cm³;
- Papel filtro número 41;
- 1 Vaso de precipitados de 400 cm³;
- 1 Crisol Gooch, y
- 1 Pizeta de 1 L.

7.3.3 Aparatos

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

7.3.4 Procedimiento

- Determinar la masa con aproximación de 0,1 mg de 1,0 g de muestra en un vaso de precipitados de 400 cm³.
 - Añadir 10 cm³ de agua, 3 g de cloruro de amonio y 5 cm³ de ácido clorhídrico saturado con bromo.
 - Calentar en un baño de vapor durante 15 min.
 - Añadir 50 cm³ de agua, neutralizar con carbonato de sodio totalmente anhidro; mantener en ebullición de 10 min a 15 min.
 - Dejar reposar y aforar a 250 cm³ con agua caliente.
 - Filtrar y realizar un enjuague con agua caliente.
 - Redisolver el residuo en ácido clorhídrico, reprecipitar añadiendo nuevamente 10 cm³ de agua, 3 g de cloruro de amonio y 5 cm³ de ácido clorhídrico saturado con bromo y repetir el proceso anterior.
 - Juntar los filtrados y acidificarlos con ácido clorhídrico adicionando 5 cm³ en exceso .
- NMX-Y-303-SCFI-1999**
11/20
- Hervir de 10 min a 15 min.
 - Neutralizar con hidróxido de amonio y añadir 6 gotas de ácido clorhídrico

- k) Calentar hasta ebullición y adicionar 25 cm³ de solución de cloruro de bario gota a gota y con agitación constante.
- l) Dejar reposar en un lugar caliente por lo menos 2 h.
- m) Filtrar utilizando un crisol Gooch de masa conocida o un papel filtro de textura fina y lavar bien con agua caliente.
- n) Secar y calcinar en una mufla.
- o) Dejar enfriar y calcinar hasta masa constante. Determinar la masa del residuo calcinado el cual corresponde al sulfato de bario precipitado.

7.3.5 Expresión de resultados

El por ciento de azufre expresado como SO₃ se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{SO}_3 = \frac{[m_1 \times 0,343]}{m_2} \times 100$$

donde:

m₁ es la masa de sulfato de bario precipitado en gramos;
m₂ es la masa en gramos de la muestra seca, y
0,343 es el factor gravimétrico: SO₃/BaSO₄ (80,07/233,43).

7.3.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los datos indicados en el inciso 7.1.5.

7.4 Determinación de cloruros (método de Mohr)

7.4.1 Fundamento

En la solución coexisten el ion cloruro y el ion cromato; al reaccionar con nitrato de plata, se forma en primer lugar el cloruro de plata debido a que es mas insoluble que el cromato de plata. Cuando se ha agotado el ion cloruro el reactivo reacciona con el indicador formando un precipitado rojo, indicando que la titulación de cloruros ha terminado.

NMX-Y-303-SCFI-1999
12/20

7.4.2 Reactivos y materiales

7.4.2.1 Reactivos

- Solución de nitrato de plata 0,028 2 N;
- Cromato de potasio al 5 % (P/V);
- Indicador de naranja de metilo, y
- Ácido nítrico 1:1 (V/V).

7.4.2.1.1 Preparación de soluciones

- Solución de nitrato de plata 0,028 2 N

Determinar la masa de 4,790 3 g de nitrato de plata, previamente secado durante una hora. Disolver en agua y aforar a un litro.

- Solución de cromato de potasio al 5 %

Determinar la masa de 5 g de cromato de potasio y disolverlos en 100 cm³ de agua destilada.

- Indicador de naranja de metilo

Disolver 0,10 g de naranja de metilo en 100 cm³ de agua destilada.

7.4.2.2 Materiales

- 2 Vasos de precipitados de 100 cm³;
- 2 Vasos de precipitados de 250 cm³;
- 4 Vidrios de reloj para vasos de 100 y 250 cm³;
- 1 Probeta graduada de 100 cm³;
- 1 Bureta graduada de 50 cm³;
- 2 Matraces volumétricos de 100 cm³, y
- 1 Matraz volumétrico de 1 000 cm³.

7.4.3 Aparatos

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

NMX-Y-303-SCFI-1999

13/20

7.4.4 Procedimiento

- a) Determinar exactamente la masa de 1 g de muestra y colocarlo en un vaso de precipitados de 250 cm³.

- b) Agregar 100 cm³ de agua destilada y disolver. Agregar de 3 a 5 gotas de naranja de metilo y neutralizar con ácido nítrico 1:1.
- c) A continuación, agregar unas cuantas gotas de la solución de cromato de potasio al 5 % y titular utilizando una solución valorada de nitrato de plata hasta el vire a rojizo.

7.4.5 Expresión de resultados

El por ciento de cloruros se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de Cl}^- = \frac{V \times N \times 0,035 \ 45}{m} \times 100$$

donde:

- V es el volumen en centímetros cúbicos (cm³) de nitrato de plata;
N es la normalidad del nitrato de plata;
m es la masa de muestra en gramos (g), y
0,035 45 son los miliequivalentes del ion cloruro.

7.4.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los datos indicados 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.

NMX-Y-303-SCFI-1999

14/20

7.5.2 Reactivos

- 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 - 110°C, por una hora. Transferir a un desecador y dejar enfriar a la temperatura ambiente.
- b) Determinar la masa y tomar nota. 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.
- c) Determinar exactamente la masa de 1,00 g de muestra en el crisol de porcelana previamente tarado y llevar a la estufa a una temperatura de 70°C - 80°C durante una hora.
- d) Sacar el crisol de la estufa, enfriar en un desecador y determinar la masa rápidamente. Tomar nota. 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.

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

7.5.5 Expresión de resultados

El por ciento de humedad se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Gramos de pérdida en masa}}{\text{Gramos de muestra}} \times 100$$

7.5.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los datos indicados en el inciso 7.1.5.

NMX-Y-303-SCFI-1999
15/20

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 (HNO₃), y
- Cloruro de Amonio (NH₄Cl).

7.6.2.2 Materiales

- 1 Vaso precipitados de 100 cm³;
- 1 Vaso de precipitados de 250 cm³;
- 1 Vidrio de reloj para vasos de 100 y 400 cm³;
- 2 Embudos de tallo largo;
- 1 Probeta graduada de 20 cm³;
- 1 Agitador con capuchón;
- 1 Pipeta volumétrica de 10 cm³;
- 1 Pipeta volumétrica de 5 cm³, y
- 1 Papel filtro número 41.

7.6.3 Aparatos

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

NMX-Y-303-SCFI-1999
16/20

7.6.4 Procedimiento

- a) Determinar la masa de 0,50 g de muestra y transferirlos a un vaso de 100 cm³, agregar 10 cm³ de ácido clorhídrico y 5 cm³ de ácido nítrico; llevar a sequedad y una vez seco dejar en la estufa durante 20 min.

- b) Retirar del calor y redissolver con 10 cm³ de ácido clorhídrico, hervir por 2 min a 3 min, diluir con agua a 75 cm³ y agregar de 1 g a 2 g de cloruro de amonio; llevarlo a ebullición, retirar del calor y filtrar recibiendo el filtrado en un vaso de 250 cm³.
- c) Lavar 3 veces con agua caliente, colocar en el vaso original 5 cm³ 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.
- d) Quemar y calcinar el filtro en la mufla y una vez frío registrar la masa y considerarlo como material insoluble.

7.6.5 Expresión de resultados

El por ciento de insoluble se determina con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Insoluble} = \frac{\text{masa del calcinado}}{\text{masa de la muestra}} \times 100$$

7.6.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los datos indicados en el inciso 7.1.5.

7.7 Determinación de fierro

7.7.1 Fundamento

En la muestra, el fierro 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.

NMX-Y-303-SCFI-1999
17/20

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. 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 amoniaco (Sal de Mohr) ($FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$), y
- Granalla de plomo asarco.

7.7.2.1.1 Preparación de las soluciones

- Solución de dicromato de potasio

Determinar la masa de 4,3 g de dicromato de potasio, disolver en agua y aforar a $1\ 000\ cm^3$

- Solución indicadora de ferricianuro de potasio

Determinar la masa de 0,100 g de ferricianuro de potasio y disolver en $100\ cm^3$ de agua destilada.

- Estandarización de la solución de dicromato de potasio

- a) Determinar la masa de 0,700 g de sulfato ferroso amoniaco (Sal de Mohr), disolver y diluir a $100\ cm^3$ con agua.
- b) Añadir $10\ cm^3$ de ácido clorhídrico y una gotas de indicador. Titular con la solución de dicromato de potasio.
- c) Con la ayuda de una varilla de vidrio delgada, a medida que progresa la titulación, se van colocando sobre una placa de porcelana blanca unas gotas de la solución que se titula.
- d) Se mezclan ambas gotas y se observa la coloración en el lugar de contacto de los líquidos; al principio la coloración es azul y a medida que la sal ferrosa va siendo oxidada, se obtiene un color verde; cuando este color deja de producirse se ha llegado al final de la titulación (queda un color amarillo).

NMX-Y-303-SCFI-1999
18/20

7.7.2.2 Materiales

- 2 Vasos de precipitados de $100\ cm^3$;
- 1 Vaso de precipitados de $250\ cm^3$;
- 1 Vaso de precipitados de $400\ cm^3$;
- 1 Vidrio de reloj para vasos de 100, 250 y $400\ cm^3$;
- 3 Embudos de tallo largo;

- Papel filtro número 41;
- 1 Probeta graduada de 100 cm³;
- 1 Agitador con capuchón;
- Placa de porcelana de 20 cm x 20 cm;
- Bureta de 50 cm³;
- 1 Pipeta volumétrica de 10 cm³;
- 1 Pipeta volumétrica de 5 cm³, y
- 1 Pipeta volumétrica de 15 cm³.

7.7.3 Aparatos

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

7.7.4 Procedimiento

- a) Determinar la masa de 0,500 g de muestra y transferirlos a un vaso de 100 cm³, añadir 10 cm³ de ácido clorhídrico y 5 cm³ de ácido nítrico llevar a sequedad y una vez seco dejar en la estufa 20 min.
- b) Retirar del calor y redisolver con 10 cm³ de ácido clorhídrico, hervir por 2 min a 3 min, diluir a 75 cm³ y agregar de 1 g a 2 g de cloruro de amonio, poner a hervir nuevamente, retirar del calor y filtrar (papel filtro número 41) recibiendo el filtrado en un vaso de 250 cm³; lavar 3 veces con agua caliente.
- c) Agregar al vaso original 5 cm³ de ácido clorhídrico y 1 g de cloruro de amonio. Filtrar y realizar 3 lavados con agua caliente.
- d) Agregar al filtrado de 100 mg a 200 mg de persulfato de amonio y 50 cm³ de hidróxido de amonio, hervir por 5 min y filtrar, recibiendo el filtrado en un vaso de 400 cm³. 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 cm³ de ácido clorhídrico y agregar aproximadamente 5 g de granalla de plomo.

NMX-Y-303-SCFI-1999
19/20

- f) Hervir hasta la desaparición del color amarillo en la solución y transferir a otro vaso de 250 cm³ cuidando que no pase la granalla de plomo.
- 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 de la solución que se titula al mezclarse con el 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:

$$T = \frac{\text{g de Fe en la sal de Mohr}}{V}$$

donde:

V son los cm³ 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 cm³ de dicromato de potasio requeridos para la muestra, y

m son los gramos de muestra utilizados.

7.7.6 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los datos indicados 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 especifican 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 o importador, 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.

10 BIBLIOGRAFÍA

- | | |
|--------------------|--|
| NOM-008-SCFI-1993 | Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 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. |

11 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