



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-428-1976

“DETERMINACION DE ZINC, EN ACIDO SULFURICO”

“METHOD OF TEST FOR ZINC IN SULPHURIC ACID”

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma, participaron las siguientes instituciones:

- CUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A.
- INDUSTRIAL TECNICA RAYO, S.A.
- ACUMULADORES GARCO, S.A.

“DETERMINACION DE ZINC, EN ACIDO SULFURICO”

“METHOD OF TEST FOR ZINC IN SULPHURIC ACID”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece el método para determinar zinc en ácido sulfúrico.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas en vigor.

NMX-K-230 Norma Mexicana "Método de Muestreo para Acido Sulfúrico".

NMX-K-422 Norma Mexicana "Determinación de Cobre en Acido Sulfúrico".

3 REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos empleados en esta norma deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse por destilada.

- Acido nítrico 4N
- Acido acético glacial
- Tetracloruro de carbono libre de zinc.

Disolución de ditizona en tetracloruro de carbono al 0.01 %.

Se disuelven 50 mg de difeniltiocarbazona en 500 ml de tetracloruro de carbono.

Mantener la disolución en la oscuridad en un lugar fresco.

Disolución de ditizona en tetracloruro de carbono al 0.005%. Tomar una alícuota de 125 ml de la disolución de ditizona anterior, transferirla a un embudo de separación, agregar 100 ml de agua y a continuación añadir 3 ml de hidróxido de amonio concentrado. Agitar muy bien y desechar la capa de tetracloruro de carbono. Agregar después, 125 ml de tetracloruro de carbono puro, añadiendo ácido clorhídrico concentrado para hacer la disolución ácida y agitar.

Extraer la capa de tetracloruro de carbono y lavar dos veces con porciones de 50 ml de agua redestilada y completar el volumen a 250 ml, con tetracloruro de carbono puro. Guardar en lugar oscuro y fresco. No debe emplearse después de una semana de haberse preparado.

Hidróxido de amonio 5N, libre de zinc.

Disolución de bis (2-hidroxietil) ditio carbamato.

Disolver 4.0 g de dietanolamina y un ml de disulfuro de carbono en 40 ml de metanol. Esta disolución debe representarse cada tres o cuatro días.

Disolución de cianuro de potasio. Disolver 5 g de cianuro de potasio en 95 ml de agua redestilada.

Disolución de citrato de sodio. Disolver 10 g de citrato de sodio dihidratado en 90 ml de agua. Agitar con 10 ml de disolución de ditizona en cloroformo al 0.01% para eliminar el zinc y después filtrar.

Disolución de sulfuro de sodio al 1%.

Disolver 3.0 g de sulfuro de sodio hidratado ($\text{Na}_2 6.9\text{H}_2\text{O}$) en 100 ml de agua.

Disolución de sulfuro de sodio al 0.04%. En el momento de usarse, diluir 4-ml de la disolución anterior de sulfuro de sodio, en 100 ml de agua.

Disolución patrón de zinc 1.000 mg de zinc por ml

Disolver 1.000 g de zinc metálico en 10 ml de HNO_3 , (1:1). Diluir y llevar a ebullición para que se eliminen los óxidos de nitrógeno. Transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml, completar el volumen con agua y mezclar.

4 APARATOS E INSTRUMENTOS

Fotómetro con filtro verde, con una longitud de onda de 535 nm o espectrofotómetro.

Embudos de separación de 125 ml, con tapón esmerilado.

5 PREPARACION DE LA MUESTRA

Ver NMX-K-230

Ver NMX-K-422

6 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

Preparación en el momento de usarse, una disolución de zinc que contenga 0.002 mg de zinc por ml, diluyendo 5 ml de esta disolución patrón de zinc en 250 ml; y luego diluyendo 10 ml de esta disolución a 100 ml con agua redistilada. De esta disolución pipetear porciones de 1.00, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00 y 25.00 ml y transferir a embudos de separación de 125 ml. Completar el volumen aproximadamente a 20 ml. Preparar otro embudo con 20 ml de agua, empleando como blanco. Añadir a cada embudo, dos gotas de indicador rojo de metilo y 2.0 ml de citrato de sodio; si el indicador no es amarillo en este punto, agregar gota a gota hidróxido de amonio diluido hasta que el indicador vuelva amarillo.

A continuación añadir 1.0 ml de cianuro de potasio y gota a gota, suficiente ácido acético hasta que se neutralice y el indicador se vuelva de color canela.

Extraer la capa del rojo de metilo con 5 ml de tetracloruro de carbono, agitando y desechar la capa amarilla de tetracloruro de carbono. Añadir un ml de disolución metanólica de bis (2-hidroxietil) ditiocarbamato. Extraer con 10 ml de ditizona pura, agitando durante un minuto. Eliminar la capa de tetracloruro de carbono y pasar a otro embudo de separación repetir las extracciones con porciones sucesivas de 5 ml de ditizona hasta que no cambie el color verde de la ditizona a través de la Luz. Desechar la capa acuosa.

Agitar el extracto de la ditizona combinada con 10 ml de sulfuro de sodio al 0.04% para la separación de las capas y repetir los lavados con cuatro porciones de sulfuro de sodio, hasta que la ditizona que ha reaccionado ha sido completamente eliminada, como se observa por la capa acuosa decolorada o amarillo muy pálido, generalmente son suficiente tres lavados. Finalmente eliminar toda el agua que esté adherida a las paredes del embudo con un algodón y quitar el tetracloruro de carbono rosa, pesar la disolución gota a gota a un matraz volumétrico seco de 50 ml, empleando unos pocos mililitros de tetracloruro de carbono fresco para lavar el embudo. Completar el volumen con tetracloruro de carbono fresco.

Determinar la absorbancia de la disolución zinc-ditizona a una longitud de onda de 535 nm trazar la curva de concentraciones de zinc y absorbancia después de haber calibrado el aparato con el blanco (ver 9.1).

7 PROCEDIMIENTO

Pesar una cantidad de muestra tal que contenga de 10 a 40 microgramos de zinc, transferir a un embudo de separación limpio y completar el volumen a 20 ml con agua redistilada. Determinar el zinc en la muestra exactamente como se describe en la preparación de la curva de calibración (ver 9.2).

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1. Cálculos

$$\% \text{ de Zn} = \frac{\text{microgramo de Zn en la curva de calibración} \times 10^{-4}}{P}$$

Donde:

P = peso de muestra, en gramos

8.2. Precisión del método

La diferencia entre resultados obtenidos en dos determinaciones no debe exceder de 0.00005%. En caso contrario repetir las determinaciones.

9 APENDICE

9.1. Los embudos de separación deben lavarse con ácido nítrico, enjuagarse con agua destilada y finalmente con 5 ml de citrato de sodio y 5 ml de ditizona agitado durante varios minutos, para evitar errores en las determinaciones, causados por el zinc adsorbido en la superficie del vidrio de los embudos.

9.2. Generalmente se necesitan no más de 30 ml de ditizona al 0.005 %, para extraer el zinc completamente, se requiere más, la alícuota que se toma debe contener mucho zinc y otros metales pueden reaccionar con el excepto de ditizona y ser retenidos en el complejo. En este caso se procede como a continuación se indica, colocar la alícuota en un matraz de 100 ml completar el volumen aproximadamente a 20 ml y ajustar el pH a 0.4 ó 0.5 con ácido nítrico o hidróxido de amonio si es necesario. Pasar ácido sulfhídrico a la disolución fría durante cinco minutos. Filtrar el precipitado usando como medio filtrantes fibra de vidrio, lavar precipitado con dos porciones pequeñas de agua caliente. Hervir al filtrado durante 3 ó 4 minutos para eliminar al H₂S, ya frío transferir a un embudo de separación y determinar el zinc como se describe en el punto 6.

10 BIBLIOGRAFIA

NMX-Z-13 Norma Mexicana. Guía para la redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas. Secretaria de Industria y Comercio. México 1975.

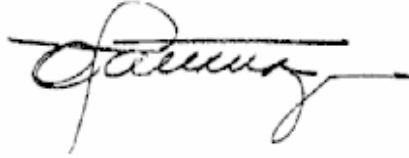
STANDARD METHODS OF CHEMICAL ANALYSYS. VOLUMEN I SIXTH EDITION. DETERMINATION OF ZINC N. HOWELL FURMAN. 1963.

11. CONCORDANCIA CON LAS NORMAS INTERNACIONALES

No existe concordancia con las normas internacionales

Fecha de aprobación y publicación: Diciembre 17, 1976

EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Cesar Larrañaga Elizondo', with a horizontal line through the middle of the letters.

ING. CESAR LARRAÑAGA ELIZONDO