



SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA

## **ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL ZINC - MÉTODO GRAVIMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-015-1980)**

### **ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF ZINC - GRAVIMETRIC METHOD**

#### **1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma mexicana establece el método gravimétrico para la determinación del zinc en aleaciones de aluminio.

Esta norma mexicana es aplicable para determinar contenidos de zinc, cuando está comprendido entre 0,50 % y 6,0 %.

#### **2 PRINCIPIO O FUNDAMENTO**

- 2.1 Ataque con un ácido oxidante.
- 2.2 Filtración y volatilización de la sílice, después de la deshidratación en un medio sulfúrico. Recuperación del zinc retenido en el residuo.
- 2.3 Precipitación de los metales del grupo II, por tratamiento con ácido sulfhídrico en un medio ácido.
- 2.4 Precipitación del zinc con ácido sulfhídrico en un medio fórmico buffer, después de completar el aluminio con ácido tartárico.
- 2.5 Disolución del sulfuro de zinc con ácido clorhídrico diluido. Remoción de trazos de metales pesados por medio de hidrosulfuro.

2.6 Oxidación y acomplejamiento del fierro con ácido fosfórico, seguido por una precipitación del zinc como tiocianato mercúrico de zinc.

2.7 Filtración, lavado, secado y pesado del precipitado.

### 3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Mezcla de ácidos

Ácido sulfúrico,  $\rho = 1,84$  (aproximadamente 35,6 N) 250 ml

Ácido clorhídrico,  $\rho = 1,19$  (aproximadamente 12 N) 200 ml

Ácido nítrico,  $\rho = 1,40$  (aproximadamente 15 N) 200 ml

Agregar cuidadosamente el ácido sulfúrico a 300 ml de agua, mientras se enfría.

Agregar al ácido clorhídrico, luego el ácido nítrico, y completar el volumen a 1 000 ml con agua.

3.2 Ácido sulfúrico

3.2.1 Agregar cuidadosamente 250 ml de ácido sulfúrico,  $\rho = 1,34$ , en agua, enfriar y completar a un volumen de 1 000 ml.

3.3 Ácido sulfúrico,  $\rho = 1,01$  (aproximadamente 0,35 N)

3.3.1 Agregar cuidadosamente 10 ml de ácido sulfúrico,  $\rho = 1,84$  en agua, enfriar y completar a un volumen de 1 000 ml.

3.4 Ácido sulfúrico,  $\rho = 1,84$  (aproximadamente 17,5 N)

3.4.1 Agregar cuidadosamente 50 ml de ácido sulfúrico,  $\rho = 1,84$  en agua, enfriar y completar a un volumen de 100 ml.

3.5 Ácido fluorhídrico al 40 %  $\rho =$  aproximadamente 1,15

3.6 Ácido nítrico,  $\rho = 1,23$  (aproximadamente 7,4 N)

3.6.1 Tomar 50 ml de ácido nítrico,  $\rho = 1,40$  y completar a un volumen de 100 ml con agua.

- 3.7      Ácido sulfhídrico, solución de lavado
- 3.7.1    Saturar ácido sulfúrico frío (véase inciso 3.3) con ácido sulfhídrico. Prepararlo justamente antes de usarse.
- 3.8      Solución de ácido tartárico, 300 g/L
- 3.8.1    Disolver 300 g de ácido tartárico ( $C_4H_6O_6$ ) en agua y completar a un volumen de 1 000 ml.
- 3.9      Solución de amoníaco,  $\rho = 0,95$  (aproximadamente 7 N)
- 3.9.1    Tomar 50 ml de solución de amoníaco,  $\rho = 0,90$  y completar a un volumen de 100 ml con agua.
- 3.10     Mezcla fórmica
- Ácido fórmico,  $\rho = 1,20$  (aproximadamente 24 N) 200 ml.
- Sulfato de amoníaco 250 ml.
- Solución de amoníaco,  $\rho = 0,90$  (aproximadamente 14,4 N) 30 ml.
- 3.10.1   Disolver 250 g de sulfato de amonio  $(NH_4)_2SO_4$  en 600 ml de agua, agregar 200 ml de ácido fórmico (HCOON), luego 30 ml de solución de amoníaco y completar a un volumen de 1 000 ml con agua.
- 3.11     Solución de gelatina, 0,20 g/L
- 3.11.1   Disolver 0,020 g de gelatina pura (con contenido de ceniza menor que 0,1 %) en 80 ml de agua caliente, aproximadamente, mientras se calienta lentamente. Enfriar y llevarlo a un volumen de 100 ml con agua. Renovar semanalmente.
- 3.12     Solución fórmica para lavado
- Diluir 25 ml de mezcla fórmica (véase inciso 3.10) a 1 000 ml con agua, y saturar la solución fría con ácido sulfhídrico.
- 3.13     Ácido clorhídrico,  $\rho = 1,05$  (aproximadamente 3 N)
- 3.13.1   Tomar 25 ml de ácido clorhídrico,  $\rho = 1,19$  y completar el volumen a 100 ml con agua.

- 3.14      Ácido nítrico,  $\rho = 1,05$  (aproximadamente 15 N)
- 3.15      Solución de hidrosulfuro de sodio
- 3.15.1    Disolver 0,25 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) en 100 ml de agua y saturar con ácido sulfhídrico a la temperatura ambiente.
- 3.16      Peróxido de hidrógeno, 6 % (aproximadamente 20 volúmenes)
- 3.16.1    Agregar 5 ml de peróxido de hidrógeno, 36 %,  $\rho = 1,12$ , a 25 ml de agua.
- 3.17      Ácido fosfórico,  $\rho = 1,35$  (aproximadamente 22,5 N)
- 3.17.1    Tomar 50 ml de ácido fosfórico,  $\rho = 1,71$  (aproximadamente 45 N), y completar a un volumen de 100 ml con agua.
- 3.18      Reactivo de tiocianato mercúrico
- 3.18.1    Disolver 27 g de cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) en 800 ml de agua aproximadamente, mientras se calienta lentamente. Después de enfriar, agregar 39 g de tiocianato de potasio ( $\text{KSCN}$ ) [o bien, alternativamente, 33 g de tiocianato de sodio ( $\text{NaSCN}$ )] y completar a un volumen de 1 000 con agua.
- NOTA.-** Si no se dispone de tiocianato de potasio, ni de tiocianato de sodio, se procede de la manera siguiente: Disolver 31 g de tiocianato de amonio ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) y 20 g de hidróxido de sodio en 200 ml de agua, en un frasco cónico de 500 ml. Hervir hasta la desaparición de vapores amoniacales, y completar a un volumen de 200 ml con agua, y neutralizar (según el papel tornasol) con ácido sulfúrico diluido. Disolver 27 g de cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) en 300 ml de agua tibia. Mezclar las dos soluciones, y completar a un volumen de 1 000 ml con agua.
- 3.19      Solución para lavado de tiocianato mercúrico
- Tomar 10 ml de reactivo de tiocianato mercúrico (véase inciso 3.18) y completar a un volumen de 500 ml con agua.
- 3.20      Papel de acetato de plomo
- 3.21      Solución de rojo de metilo
- Disolver 0,10 g de rojo de metilo en 100 ml de etanol al 95 %.

## **4 APARATOS**

4.1 Equipo usual de laboratorio

## **5 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**

5.1 Deben ser virutas de no más de 1 mm de espesor las muestras del laboratorio obtenidas por taladro o por molienda.

## **6 PROCEDIMIENTO**

6.1 Espécimen de prueba

6.1.1 Masa del espécimen de prueba:  $2 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ .

6.2 Prueba en blanco

6.2.1 Llevar a cabo una prueba en blanco en paralelo con la determinación, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos.

6.3 Determinación

6.3.1 Ataque del espécimen de prueba y preparación de la solución principal.

6.3.1.1 Colocar el espécimen de prueba en un vaso de capacidad adecuada (400 ml), provisto de un vidrio de reloj, y agregar cuidadosamente 70 ml de ácido mezclados (véase inciso 3.1) en porciones pequeñas, mientras se enfría. Cuando la reacción cese, calentar moderadamente para completarla. Colocar un triángulo de vidrio entre el vidrio de reloj y el vaso, aumentar el calentamiento y evaporar con humos blancos copiosos que deben mantenerse por espacio de 15 min a 20 min aproximadamente.

6.3.1.2 Permitir un enfriado suficiente, luego tomar 20 ml de ácido sulfúrico (véase inciso 3.2) y de 100 ml a 150 ml de agua caliente. Calentar suavemente hasta que las sales estén completamente disueltas, lavar el vidrio de reloj, el triángulo y las paredes del vaso con ácido sulfúrico caliente (véase inciso 3.3) y filtrar utilizando un papel filtro de textura media, conteniendo pequeños pedazos de papel pulpa. Juntar el filtrado y los lavados en un frasco cónico y lavar cuidadosamente el vaso, el residuo recogido en el filtro, y el papel del filtro mismo, con ácido sulfúrico caliente (véase inciso 3.3).

- 6.3.1.3 Colocar el papel filtro y el residuo en un crisol de platino y calcinar de 500°C a 600°C. Después de enfriar, agregar al crisol 1 ml de ácido sulfúrico (véase inciso 3.4), luego de 3 ml a 5 ml de ácido fluorhídrico (véase inciso 3.5) y cuidadosamente, diluir ácido nítrico (véase inciso 3.6) hasta que la solución empiece a clarear (aproximadamente 1 ml).
- 6.3.1.4 Evaporar cuidadosamente con humos blancos copiosos, permitir el enfriado, tomar unos pocos mililitros de agua caliente y agregar la solución a la solución principal, lavando el crisol con agua caliente.
- 6.3.2 Precipitación de los metales del grupo II
- 6.3.2.1 Llevar el volumen de la solución a 300 ml aproximadamente calentar hasta una temperatura entre 60°C y 70°C, y pasar una corriente rápida de ácido sulfhídrico hasta que la solución quede saturada (20 min aproximadamente). Calentar durante unos minutos justamente por debajo del punto de ebullición (si hay únicamente un pequeño precipitado de sulfuro, agregar una pequeña pulpa de papel filtro de textura media antes de calentar), luego permitir el reposo. Filtrar a través de un papel filtro de textura media, juntar el filtrado y los lavados en un vaso de 500 ml, teniendo cuidado de que el precipitado esté siempre humedecido por la solución. Lavar el frasco cónico y el precipitado 6 ó 7 veces con la solución de lavado de ácido sulfhídrico caliente (véase inciso 3.7) (tirar el precipitado).
- 6.3.3 Precipitación del sulfuro de zinc
- 6.3.3.1 Colocar unas pocas bolas de vidrios (de diámetro 5 mm a 6 mm, aproximadamente) en la solución y hervir fuertemente hasta remover fuertemente el ácido sulfhídrico probando por medio del papel de acetato de plomo (véase inciso 3.20).
- 6.3.3.2 Transferir la solución a un frasco volumétrico de 200 ml, teniendo cuidado de lavar el vaso escrupulosamente; enfriar, llevar el volumen a 200 ml y mezclar.
- 6.3.3.3 Transferir la parte principal de la solución mostrada en la tabla 1 a un frasco cónico de 500 ml.

**TABLA 1.- Contenido de zinc**

Contenido de zinc	Volumen de la solución principal	Volumen de la alícuota tomada	Masa del espécimen de prueba correspondiente a la alícuota	Volumen de la solución de ácido tartárico (véase inciso 3.8)
%	ml	ml	g	ml
0,50 a 1	200	200	2	50
De 1 a 3	200	100	1	25
De 3 a 5	200	50	0,50	25
De 5 a 6,5	200	25	0,25	25

6.3.3.4 Llevar el volumen de la parte alícuota a 250 ml aproximadamente, agregar la cantidad de la solución de ácido tartárico (véase inciso 3.8) mostrada en la tabla, y unas pocas gotas de solución de rojo de metilo (véase inciso 3.21). Neutralizar con solución de amoniaco (véase inciso 3.9), agregar 25 ml de mezcla fórmica (véase inciso 3.10), calentar a una temperatura entre 70°C y 80°C, y pasar una corriente de ácido sulfhídrico \* rápidamente al principio y luego más lentamente hasta que se alcance la saturación (aproximadamente 30 min). Agregar 2 ml de la solución de gelatina (véase inciso 3.11), dejar en reposo, manteniendo la temperatura entre 40°C y 50°C hasta que el precipitado se asiente. [Es preferible llevar a cabo la precipitación de sulfuro bajo presión de ácido sulfhídrico. Después de calentar, cerrar el frasco cónico con un tapón atravesado por dos tubos de vidrio. Pasar una corriente de ácido sulfhídrico rápidamente al principio, luego más lentamente hasta que se alcance la saturación (30 min aproximadamente). Agregar 2 ml de la solución de gelatina (véase inciso 3.11), cerrar el tubo de salida y mantener la presión de ácido sulfhídrico, a través del tubo de entrada, manteniendo la temperatura entre 40°C y 50°C, hasta que el precipitado se asiente].

6.3.3.5 Filtrar a través de un papel filtro de textura mediana, que contenga poca pulpa de papel y cuidadosamente lavar el frasco cónico, los tubos de vidrio, el precipitado y el filtro con solución para lavado de mezcla fórmica (véase inciso 3.12) caliente (tirar el filtrado).

6.3.4 Disolución del sulfuro de zinc

6.3.4.1 Disolver el precipitado sobre el filtro por medio del ácido clorhídrico caliente (véase inciso 3.13). Teniendo cuidado de que se disuelvan todas las trazas aún adheridas al tubo de entrada del ácido sulfhídrico.

6.3.4.2 Juntar el filtrado y los lavados en el frasco cónico primero, luego lavar escrupulosamente el filtro, usando pequeñas porciones de ácido clorhídrico caliente (véase inciso 3.13) y agua caliente alternadamente \*\*. Agregar a la solución 15 ml de ácido sulfúrico (véase inciso 3.4) y 2 ml de ácido nítrico (véase inciso 3.14), y luego calentar con humos blancos copiosos y permitir el enfriamiento.

**NOTA.-** \* y \*\* ver el apéndice para la modificación en el método general, en los casos especiales de aleaciones de aluminio con un alto contenido de níquel.

6.3.5 Purificación de la solución de zinc

6.3.5.1 (A efectuar sí el sulfuro de zinc no es blanco). Juntarlo con 50 ml de agua, llevarlo a ebullición y agregar 25 ml de solución de hidrosulfuro de sodio (véase inciso 3.15).

6.3.5.2 Permitir el asentamiento durante 30 min, quitar por filtrado cualquier precipitado y lavarlo con solución para lavado de ácido sulfhídrico caliente (véase inciso 3.7) (tirar el precipitado), juntando el filtrado y los lavados en el vaso de 400 ml. Hervir la solución fuertemente, hasta que el ácido sulfhídrico sea completamente removido, comprobando por medio del papel de acetato de plomo (véase inciso 3.20).

6.3.6 Precipitación del tiocianato mercúrico de zinc

6.3.6.1 Tomarlo en un poco de agua caliente y diluir hasta 120 ml aproximadamente, permitir su enfriamiento, oxidar con unas pocas gotas de peróxido de hidrógeno (véase inciso 3.16), agregar 5 ml de ácido fosfórico (véase inciso 3.17) y agitando enérgicamente (se recomienda agitación mecánica), agregar 40 ml de reactivo de tiocianato mercúrico (véase inciso 3.18). Continuar la agitación hasta el comienzo de la precipitación, cesar la agitación, lavando el agitado con la solución para lavado de tiocianato mercúrico (véase inciso 3.19), luego permitir que repose durante 12 h.

6.3.7 Filtración, lavado y pesado del tiocianato mercúrico de zinc

6.3.7.1 Filtrar el precipitado bajo succión suave a través de un crisol de vidrio sintetizado pesado, con porosidad entre 3  $\mu\text{m}$  y 15  $\mu\text{m}$ , luego lavar con la solución para lavado de tiocianato mercúrico (véase inciso 3.19) en porciones pequeñas, sin usar en total más de 150 ml. Cuando el lavado esté terminado aumentar la succión por unos minutos. Secar hasta masa constante a 110°C y pesar.



## 7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1 El porcentaje en masa de zinc, se calcula a partir de la fórmula siguiente:

$$\text{Zn \% (m/m)} = \frac{(\text{A-B}) \times 0,1312 \times \text{R}}{\text{E}} \times 100$$

donde:

- A es la masa expresada en gramos, de tiocianato mercúrico de zinc  $[\text{ZnHg}(\text{SCN})_4]$  correspondiente a la alícuota tomada;
- B es la masa, expresada en gramos, de tiocianato mercúrico de zinc  $[\text{ZnHg}(\text{SCN})_4]$  correspondiente a la misma alícuota de la solución en la prueba en blanco;
- R es la relación del volumen de la solución principal y el volumen de la alícuota;
- E es la masa, expresada en gramos, del espécimen de prueba, y  
0,1312 es el factor de conversión de tiocianato mercúrico de zinc  $[\text{ZnHg}(\text{SCN})_4]$  a zinc.

## 8 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba debe incluir la siguiente información:

- Referencia al método usado;
- El resultado, y el método usado para expresarlos;
- Cualquier característica notada durante la determinación, y
- Cualquier operación no especificada en esta norma o alguna opción que pudiera afectar los resultados.

## 9 APÉNDICE NORMATIVO

Casos especiales de aleaciones de aluminio con un alto contenido de zinc.

### 9.1 Introducción

La presencia de una gran cantidad de sulfato de amonio en la mezcla fórmica, debe garantizar que todo el níquel queda en la solución. Sin embargo parte del níquel pudiera precipitarse como sulfuros, con el sulfuro de zinc (coloreando el precipitado más o menos gris). En adición, durante el tratamiento de sulfuros con ácido clorhídrico diluido, intentando disolver el sulfuro de zinc selectivamente, parte del sulfuro de níquel podría irse en la solución y entonces contaminar el precipitado de tiocianato mercúrico de zinc.

### 9.2 Principio del método especial usado

9.2.1 La solución clorhídrica obtenida por la solución de los sulfuros, precipitados con sulfuro de hidrógeno en un medio fórmico, está dando un segundo tratamiento con sulfuro de hidrógeno para garantizar que todo el sulfuro de zinc está precipitado selectivamente. La precipitación en un medio fórmico, está llevada con la adición del sulfato de amonio.

9.2.2 Modificación a el método general, indicado en el inciso 6.3.4 después del doble asterisco (\*\*) continuar como sigue:

9.2.2.1 Diluir la solución a 200 ml aproximadamente, luego agregar 5 ml de la mezcla fórmica (véase inciso 3.10) y unas gotas de solución de rojo de metilo (véase inciso 3.21).

9.2.2.2 Neutralizar con la solución de amoniaco (véase inciso 3.9), luego agregar 25 ml de la mezcla fórmica (véase inciso 3.10) y 2 g de cristales de sulfato de amonio  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  recalentar de 70°C a 80°C, luego pasar una corriente de sulfuro de hidrógeno continuar desde el asterisco (\*) en el inciso 6.3.3 sin cambios.

## 10 BIBLOGRAFÍA

NOM-008-SCFI-2002 Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

NMX-W-015-1980	Aluminio y sus aleaciones - Determinación del zinc - Método gravimétrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 7 de mayo de 1980.
NMX-Z-013-1977	Guía para la estructuración, presentación y redacción de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
ISO 1784:1976	Aluminium alloys - Determination of zinc - EDTA titrimetric method.

## 11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es equivalente a la norma internacional ISO 1784:1976.

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.**  
**DIRECTOR GENERAL.**

**AVA/AFO/DLR/MRG**

**NMX-W-015-SCFI-2003**

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN DEL ZINC -  
MÉTODO GRAVIMÉTRICO (CANCELA A LA NMX-W-015-1980)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - DETERMINATION OF ZINC -  
GRAVIMETRIC METHOD**

## PREFACIO

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

- ALCOMEX, S.A.
- ALMEXA ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO Y DERIVADOS DE VERACRUZ, S.A. DE C.V.
- ALUMEX, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO EXTRUIDO EXTRAL, S.A. DE C.V.
- ALUQUÍMICOS, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, A.C. (ANCE)
- ANODIZADO INDUSTRIAL Y ARTÍSTICO, S.A. DE C.V.
- CINVESTAV DE QUERÉTARO
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
- CUPRUM, S.A. DE C.V.
- INDALUM, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO MEXICANO DEL ALUMINIO, A.C.
- INDUSTRIA MEXICANA DEL ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL SANTA CLARA, S.A. DE C.V.

## ÍNDICE DEL CONTENIDO

<b>Número del capítulo</b>		<b>Página</b>
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Principio o fundamento	1
3	Reactivos y materiales	2
4	Aparatos	5
5	Preparación de la muestra	5
6	Procedimiento	5
7	Expresión de los resultados	9
8	Informe de la prueba	9
9	Apéndice normativo	10
10	Bibliografía	10
11	Concordancia con normas internacionales	11