



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN
VOLUMÉTRICA DEL ZINC - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A
LA NMX-W-066-1978)**

**ALUMINUM AND ITS ALLOYS - VOLUMETRIC OF ZINC
DETERMINATION - TEST METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana, establece un método para determinar zinc en aleaciones de aluminio, que no contengan cadmio.

Esta norma mexicana es aplicable para determinar contenidos de zinc entre 0,10 % y 12 %.

2 RESUMEN

- 2.1 Consiste en el ataque con ácido clorhídrico y eliminación del exceso de ácido por evaporación, absorción del residuo en una solución (2 N) de ácido clorhídrico, pasando la solución a través de una resina intercambiadora de aniones fuertemente básica.
- 2.2 El zinc absorbido en la resina se aluye con una solución (0,005 N) de ácido clorhídrico.
- 2.3 Titulación de zinc con una solución normal EDTA, usando Ditizona como indicador.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Resina intercambiadora de aniones fuertemente básica, ya sea heteroporosa a isoporosa del tipo poliestireno con grupos amonio cuaternarios (por ejemplo, Dowex 1 x 2 De-Acidite FF SRA 62 ó su equivalente) en forma de cloruro, que contenga de 2 % a 3 % de ligaduras cruzadas (expresado como % en masa de DV3 (divinil benceno) y preferentemente con un tamaño de partícula entre 150 μ m y 295 μ m (- 52 mesh + 100 mesh).

3.2 Acetona (d= aproximadamente 0,79).

3.3 Ácido clorhídrico (d= aproximadamente 1,10) solución aproximadamente 6 N.

3.3.1 Diluir 515 ml de ácido clorhídrico (d = aproximadamente 1,18) aproximadamente 12 N, con agua y completar a un volumen de 1 000 ml.

3.4 Ácido clorhídrico (d = aproximadamente 1,03), solución aproximadamente 2 N.

3.4.1 Diluir 170 ml de ácido clorhídrico (d= aproximadamente 1,18) aproximadamente 12 N, con agua y completar a un volumen de 100 ml.

3.5 Ácido clorhídrico (d= aproximadamente 1,01), solución aproximadamente N.

NOTA.- En el caso de aleaciones que contengan plomo, la cantidad de ácido clorhídrico debe ser incrementado de 100 ml a 200 ml.

3.5.1 Diluir 85 ml de ácido clorhídrico (d= aproximadamente 1,18), aproximadamente 12 N, con agua y completar a un volumen de 1 000 ml.

3.6 Ácido clorhídrico, solución aproximadamente 0,005 N.

NOTA.- Cuando no esté en uso la columna, la resina intercambiadora debe estar siempre cubierta con ácido clorhídrico. El acondicionamiento de la resina debe efectuarse inmediatamente antes de usarse.

3.6.1 Diluir 5 ml de ácido clorhídrico (véase inciso 3.5) con agua y completar a una volumen de 1 000 ml.

- 3.7 Ácido nítrico (d= aproximadamente 1,4), solución aproximadamente 67 % (m/m) ó 15 N.
- 3.8 Peróxido de hidrógeno (d= aproximadamente 1,135), solución aproximadamente 35 % (m/m).
- 3.9 Amoníaco (d= aproximadamente 0,90), solución aproximadamente 28 % (m/m) ó 14 N.
- 3.10 Ácido acético (d= aproximadamente 1,007), solución aproximadamente N.
- 3.10.1 Diluir 58 ml de ácido acético glacial (d = aproximadamente 1,05), solución aproximadamente 17,4, y completar con agua a un volumen de 1 000 ml.
- 3.11 Solución de acetato de amonio 500 g/l.
- 3.11.1 Disolver 50 g de acetato de amonio ($\text{HC}_3\text{COONH}_4$) en agua y completar hasta el aforo en un matraz volumétrico de 100 ml.
- 3.12 Disolución patrón de zinc, conteniendo 2 g de zinc por litro.
- 3.12.1 Pesar 2,00 g de zinc extrapuro con exactitud de 0,001 g y disolver en 50 ml de solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.3) diluido con aproximadamente 50 ml de agua.
- 3.12.2 Diluir y transferir la solución a un matraz aforado de 1 000 ml, completar el volumen y mezclar, 1 ml de esta solución contiene 2 mg de zinc.
- 3.13 Solución volumétrica normal 0,02 M de EDTA (etilendiamino tetra acetato disódico).
- 3.13.1 Preparación de la solución, disolver aproximadamente 7,5 g de EDTA en agua, filtrar si es necesario y completar hasta un volumen de 1 000 ml, guardarlo en una botella de plástico.
- 3.13.2 Normalización de la solución.
- 3.13.2.1 Tomar 25 ml de una solución patrón de zinc (véase inciso 3.12) correspondientes a 50 mg de zinc, se coloca en un vaso de precipitados de capacidad adecuada (por ejemplo 400 ml). Diluir a 100 ml, se introduce un pedazo de papel tornasol (véase inciso 3.14) en la solución agitando constantemente, añadir una solución de amoníaco (véase inciso 3.9) hasta que el papel tornasol cambia de color. Se quita el pedazo de papel tornasol y se lava con agua.

3.13.2.2 Añadir 10 ml de solución de ácido acético (véase inciso 3.10) y 10 ml de solución de acetato de amonio (véase inciso 3.11), checar el pH de la solución por medio de papel indicador (véase inciso 3.15), este valor debe estar comprendido entre 5 y 5,5. Si es necesario bajar el valor del pH al indicado, añadiendo solución de ácido acético (véase inciso 3.10) gota por gota. Después añadir 50 ml de acetona (véase inciso 3.2) 2 ml de solución de ditizona (véase inciso 3.16) y titular con la solución de EDTA (véase inciso 3.13) hasta que el indicador cambie de rojo a amarillo naranja. Este color no debe variar, después de agregar un exceso de 2 gotas de solución EDTA.

3.13.3 Cálculos

El factor de corrección correspondiente al hecho que la solución no es exactamente 0,02 M, está dado por la siguiente fórmula:

$$\frac{38,24}{V}$$

donde:

38,34 es el volumen en mililitros de solución EDTA 0,02 M (valor teórico: 1 ml = 1,307 6 mg de zinc) necesarios para la titulación de 50 mg de zinc (50: 1,307 6 = 38,237 9), y

V es el volumen en ml de solución de EDTA (véase inciso 3.13) usados para la titulación de 25 ml de disolución patrón de zinc (véase inciso 3.12) (2 mg x 25,0 = 50,0 mg).

3.14 Papel tornasol

3.15 Papel indicador para un rango de pH entre 5 y 6 con intervalos de 0,2 unidades.

3.16 Solución etanólica de ditizona 0,25 g/l.

3.16.1 Disolver 0,025 g de ditizona (difentliocarbazona) en etanol 95 % (V/V) y completar el volumen hasta 100 ml con el mismo etanol. Es preferible preparar esta solución inmediatamente antes de usarse.

4 APARATOS

- 4.1 Equipo usual de laboratorio.
- 4.2 Columna de vidrio de 20 mm de diámetro aproximadamente 400 mm de largo, provista de una llave.

5 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 5.1 Para la preparación de la muestra, deben ser rebabas no mayores de 1 mm de espesor, obtenidas por taladro o por molienda.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Preparación de la columna intercambiadora de iones.
 - 6.1.1 Primero remover cualquier partícula fina presente en el anión de la resina (véase inciso 3.1), por medio de lavados sucesivos con ácido clorhídrico diluido (véase inciso 3.6) decantando hasta que se obtenga una solución clara. Dejar reposar la resina por varias horas (de preferencia toda la noche) en solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.6).
 - 6.1.2 Poner un poco de fibra de vidrio en el fondo de la columna (véase inciso 4.2). Para soportar la resina, la llave se coloca en la parte superior de la columna.
 - 6.1.3 Mientras se agita, transferir la suspensión de resina a la columna preparada, teniendo cuidado de evitar la formación de burbujas o canales de aire, y operar de esta manera, hasta obtener después de la decantación, una columna de resina de aproximadamente 150 mm de alto, lavar la columna con aproximadamente 100 ml de ácido clorhídrico (véase inciso 3.6) a una velocidad de 5 ml a 70 ml por minuto.
 - 6.1.4 Acondicionar la columna de intercambio, introduciendo a la misma velocidad 200 ml de solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.4) a la cual se le ha añadido previamente 0,5 ml de solución de ácido nítrico (véase inciso 3.7).

6.1.5 Mientras que la columna de intercambio está siendo preparada, durante todo el análisis, la resina siempre debe estar cubierta por el líquido (véase notas en los incisos 3.5, 3.6 y 6.1).

NOTA.- Si hay bismuto presente en la aleación, quedará retenido en la columna, motándose como la banda es coloreada en la parte alta de la columna. Este bismuto debe removerse lavando la columna con 200 ml de ácido nítrico (7,5 N) seguido por 200 ml de agua. La columna debe entonces acondicionarse como se indica en el inciso 6.1.

6.2 Porción de prueba

6.2.1 Se pasan aproximadamente 2 g con una precisión de $\pm 10,001$ g.

6.3 Testigo

6.3.1 Paralelo al análisis, se debe hacer una muestra testigo usando el mismo procedimiento y las mismas cantidades de todos los reactivos.

6.4 Preparación de la solución de prueba

6.4.1 Introducir la porción de prueba (véase inciso 6.2) en un vaso de precipitados de capacidad conveniente (por ejemplo 400 ml), tapándolo con un vidrio de reloj y después adicionar, en pequeñas porciones y con cuidado 50 ml de solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.3).

6.4.2 Cuando la reacción se ha efectuado totalmente, se añade peróxido de hidrógeno (véase inciso 3.8) gota a gota hasta que al cobre se haya disuelto totalmente. Completar el ataque de la porción de prueba calentando ligeramente. Entonces evaporar hasta su cristalización. Después de enfriar, tomar aproximadamente 100 ml de ácido clorhídrico diluido (véase inciso 3.4) y calentar para facilitar que los cristales se disuelvan.

6.4.3 Filtrar a través de un filtro muy fino, previamente lavado con ácido clorhídrico caliente (véase inciso 3.3), y después con agua caliente, lavar el filtro con ácido clorhídrico diluido (véase inciso 3.4) caliente de 30 ml a 50 ml y dependiendo del contenido de zinc; usar uno de los dos procedimientos descritos a continuación.

6.4.3.1 Contenido de zinc entre 0,10 % y 1,5%. - Recolectar el filtrado y los lavados en un frasco volumétrico de 200 ml, enfriar a temperatura ambiente, completar el volumen hasta el aforo con ácido clorhídrico (véase inciso 3.4) y agregar 0,5 ml de ácido nítrico (véase inciso 3.7).

- 6.4.3.2 Contenido de zinc mayor de 1,5 %. Recolectar el filtrado y los lavados en un vaso de precipitados y enfriar a temperatura ambiente. Ajustar el volumen a 150 ml con ácido clorhídrico (véase inciso 3.4) y mezclar. Tomar una alícuota de acuerdo a la siguiente tabla:

Contenido de zinc	Volumen de la parte alícuota	Masa correspondiente a la porción de prueba
%	ml	g
1,5 a 3	100,00	1
3 a 6	50,0	0,50
6 a 12	25,0	0,25

Colocar la alícuota en un vaso de precipitados de capacidad conveniente, diluir hasta 150 ml con solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.4) y agregar 0,5 ml de solución de ácido nítrico (véase inciso 3.7).

6.5 Intercambio de iones

- 6.5.1 Pase la solución de prueba o la alícuota (véase incisos 6.4.3.1 y 6.4.3.2) a través de la columna intercambiadora (véase inciso 6.1) a una velocidad de 5 ml a 7 ml por minuto, lavar el vaso de precipitados y la columna intercambiadora con cuatro porciones sucesivas de 25 ml de solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.4) y después lavar la resina con 100 ml (véase nota del inciso 3.5) de solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.5) a razón de 5 ml a 7 ml por minuto.

- 6.5.2 Eluir al zinc retenido por la resina, haciendo pasar 250 ml de solución de ácido clorhídrico (véase inciso 3.6) a través de la columna intercambiadora, a la misma velocidad (véase notas de los incisos 3.5, 3.6 y 6.5). Recolectar este líquido en un vaso de capacidad conveniente (por ejemplo de 400 ml). Concentrar la elusión a un volumen de aproximadamente 100 ml).

6.6 Titulación

- 6.6.1 Colocar un pedazo de papel tornasol (véase inciso 3.14) en el líquido y agregar agitando, solución de amoníaco (véase inciso 3.9) hasta que el papel cambie de color.

- 6.6.2 Quitar el papel tornasol y lavar con agua. Agregar 20 ml de ácido acético (véase inciso 3.10) y 10 ml de solución de acetato de amonio (véase inciso 3.11). Determinar el valor del pH de la solución usando el papel indicador (véase inciso 3.15). Al valor indicado, agregar solución de ácido acético (véase inciso 3.10) gota a gota. Después agregar 50 ml de acetona (véase inciso 3.2) y enfriar a 5°C más o menos.

7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de zinc, se da como % en masa y está dado por la siguiente fórmula:

$$\frac{(V-V_1) \times F \times 1,307\ 6 \times D}{10\ m}$$

donde:

- V es el volumen en mililitros de solución de EDTA (véase inciso 3.13) gastados en la titulación, presentes en la solución de prueba o en la alícuota tomada;
- V₁ es el volumen, en mililitros de EDTA (véase inciso 3.13) gastados en la titulación de zinc, presente en la misma alícuota de la muestra testigo;
- F es el factor de corrección (véase inciso 3.13.2);
- D es la relación entre el volumen de la solución de prueba y el volumen de la alícuota tomada;
- M es la masa en gramos de la porción de prueba, y
- 1,307 6 Es la masa en mg de zinc correspondiente a 1 ml de solución de EDTA, exactamente 0,02 M.

8 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba debe incluir la siguiente información:

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

9 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-066-1978 Determinación volumétrica del zinc en el aluminio y sus aleaciones. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 20 de junio de 1978.
- 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.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

México D. F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.**

AVA/AFO/DLR/MRG

NMX-W-066-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - DETERMINACIÓN
VOLUMÉTRICA DEL ZINC - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A
LA NMX-W-066-1978)**

**ALUMINUM AND ITS ALLOYS - VOLUMETRIC OF ZINC
DETERMINATION - TEST 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.