



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-W-090-1981

**“COBRE Y SUS ALEACIONES - METODO DE PRUEBA DE
NITRATO MERCURIOSO PARA DETECTAR TENSIONES
RESIDUALES”**

*“CUPEER AND ITS ALLYS - TEST METHOD OF MERCURIOSUS
NITRATE TO DETECT RESIDUAL TENSIONS”*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma, participaron por encuesta epistolar los siguientes Organismos:

NACIONAL DE COBRE, S.A.

INDUSTRIAS UNIDAS, S.A.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO.

“COBRE Y SUS ALEACIONES - METODO DE PRUEBA DE NITRATO MERCURIOSO PARA DETECTAR TENSIONES RESIDUALES”

“CUPEER AND ITS ALLYS - TEST METHOD OF MERCURIOS NITRATE TO DETECT RESIDUAL TENSIONS”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método de prueba de nitrato mercurioso (HgNO_3) sobre cobre comercial trabajado mecánicamente y moldeado, o productos a base de aleaciones de cobre, permitiendo detectar la presencia de tensiones residuales (internas) que pueden ocasionar la falla del material en servicio o almacenado, debido a fisuras por efectos de corrosión y tensión.

2 TERMINOLOGIA Y DEFINICIONES

Para efectos de la presente norma, se establecen los siguientes términos y definiciones:

2.1 Ruptura por tensión y corrosión

Es la falla espontánea de los metales por ruptura, bajo la acción combinada de corrosión y tensiones residuales o aplicadas.

2.2 Tensión aplicada

Es el esfuerzo al que se somete un cuerpo y que perdura durante la aplicación de una fuerza externa.

2.3 Tensión residual

Es el esfuerzo que perdura dentro de un cuerpo como resultado de deformación plástica o moldeado.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

3.1 Solución acuosa de nitrato mercurioso

Esta debe contener 10 g de nitrato mercurioso (HgNO_3) y 10 ml de ácido nítrico (HNO_3) de peso específico (pe) 1.41 ± 0.01 ; por litro de solución.

Esta solución puede prepararse a partir de cualquiera de los dos procedimientos siguientes:

3.1.1 Primer procedimiento

Se disuelven 11.4 g de nitrato mercurioso dihidratado ($\text{HgNO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) o 10.7 g de nitrato mercurioso monohidratado ($\text{HgNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en aproximadamente 40 ml de agua destilada acidificada con 10 ml de ácido nítrico (HNO_3) en peso específico (pe) 1.41 ± 0.01 . Una vez que los cristales estén disueltos totalmente se diluye la solución con agua destilada hasta completar 1 L.

NOTA: Los cristales de nitrato mercurioso se pueden obtener en forma mono e hidratada y se debe manejar con precaución, debido a sus efectos altamente tóxicos. El hecho de usarse mayor cantidad de $\text{HNO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ó $\text{HgNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ que la requerida de HgNO_3 es debido a la presencia del agua de cristalización.

Los cristales de nitrato mercurioso son fotosensibles y cuando se tornan amarillos son difíciles de disolver.

3.1.2 Segundo procedimiento

Se disuelven 76 g de mercurio (Hg) en 114 ml de HNO_3 diluido (una parte de agua por otra de HNO_3 de peso específico 1.41 ± 0.01). Se diluye esta solución cuidadosamente con agua destilada hasta completar 1 L. Esta operación proporciona una concentración de 100 g de HgNO_3 por litro de solución y un exceso de 30 ml de HNO_3 sobre el requerido. Se agrega agua destilada en cantidades pequeñas mientras se agita para prevenir una sobre dilución. Esta dilución gradual, junto con el ácido en exceso, previene la precipitación de sales básicas de mercurio. Se diluyen 100 ml de esta solución (10%) con 7 ml de HNO_3 (peso específico 1.41 ± 0.01) y se completa a un litro con agua destilada.

NOTA: Si se usa calentamiento en cualquiera de estos procedimientos para facilitar la disolución, se debe tener mucho cuidado para evitar las pérdidas de HNO_3 .

3.1.3 Recuperación de la solución usada

La solución utilizada durante la prueba se puede reusar, llevando la concentración de nitrato mercurioso nuevamente al 1%, para esto proceder en la forma siguiente:

- a) Se toman $50 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$ de la solución de nitrato mercurioso
- b) Se transfiere la solución a un matraz y se agregan 10 ml de HNO_3 (1:1)
- c) Se agrega lentamente una solución de permanganato de potasio (KMnO_4) al 1% desde una bureta agitando continuamente el matraz hasta que haya un exceso que se aprecia por el color rosado que persiste por varios minutos.
- d) Se añaden cristales de sulfato ferroso (FeSO_4) hasta que la solución se aclare al agitar.

e) Se procede a titular la solución obtenida con sulfocianuro de potasio (KCNS) 0.1 N hasta la aparición de un color marrón rojizo.

f) Se repite este procedimiento con 50 ml de una solución patrón de HgNO₃(1%).

g) La relación R (véase tabla 1), del número de milímetros de sulfocianuro de potasio (KCNS) requerido para titular la solución utilizada, al número de milímetros requeridos para titular la solución patrón, determinan el número de milímetros X (véase tabla 1), de nitrato mercurioso (HgNO₃) al 1% en solución de ácido nítrico al 3% requerido para recuperar 1 L de solución utilizada.

El reajuste de la concentración de la solución gastada

$$X = 111.1 (1-R)$$

donde:

R= Fracción de mercurio remanente en solución (determinado por titulación).

X= Número de mililitros de solución de nitrato mercurioso (10%) a ser agregada a 1L de solución utilizada para elevar la concentración de nitrato mercurioso al 1%.

4 APARATOS

- Equipo de aumento que proporcione un aumento de 10x a 18x (diámetros).

5 PREPARACION DE LA MUESTRA

El material a probar consiste en una muestra de varilla, alambre ó tubo con una longitud mínima de 150 mm o el doble del diámetro.

TABLA 1. - REAJUSTE DE LA CONCENTRACION DE LA SOLUCION GASTADA.

R	x	R	x
0.10	100.0	0.56	48.9
0.12	97.8	0.58	46.7
0.14	95.5	0.60	44.4
0.16	93.3	0.62	42.2
0.18	91.1	0.64	40.0
0.20	88.9	0.66	37.8
0.22	86.7	0.68	35.6
0.24	84.4	0.70	33.3
0.26	82.2	0.72	31.1
0.28	80.0	0.74	28.9
0.30	77.8	0.76	26.7
0.32	75.5	0.78	24.4
0.34	73.3	0.80	22.2
0.36	71.1	0.82	20.0
0.38	68.9	0.84	17.8
0.40	66.7	0.86	15.6
0.42	64.4	0.88	13.3
0.44	62.2	0.90	11.1
0.46	60.0	0.92	8.9
0.48	57.8	0.94	6.7
0.50	55.6	0.96	4.4
0.52	53.3	0.98	2.2
0.54	51.1		

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Se limpia la grasa de la muestra en una solución alcalina adecuada en un solvente orgánico. Si es necesario sumerja la muestra totalmente en una solución acuosa de ácido (H_2O_4) al 15% en volumen a temperatura ambiente por un período de que no exceda los 30 s, hasta que todos los óxidos sean removidos de su superficie.

Se saca la muestra de la solución desoxidante y se lava inmediatamente en agua. Se elimina el exceso de agua de la muestra y se sumerge totalmente en la solución de nitrato mercurioso a temperatura ambiente preparada de acuerdo con el párrafo 3.1 se debe de usar como mínima 1.55 ml de solución de nitrato mercurioso por cada centímetro cuadrado de superficie expuesta de la muestra de prueba.

6.2 Después de 30 minutos se saca la muestra de la solución de nitrato mercurioso y se lava con agua. Se limpia cualquier exceso de mercurio de la superficie de la muestra. Se examina inmediatamente en busca de fisuras, a menos que se especifique una limitación de tiempo en el producto. En caso de duda concerniente a la presencia de fisuras, se volatiliza el mercurio de la superficie de la muestra, aplicando calor sobre una lámina caliente o en una estufa. Entonces se examina la muestra en busca de fisuras con equipo de aumento adecuado.

6.3 No se debe volver a utilizar la solución a menos que su concentración se haya reajustado al 1 %, de acuerdo con el procedimiento del párrafo 3.1.

NOTA: Precaución. El mercurio perjudica la salud y por consiguiente se recomienda equipo para la detección y remoción de vapores de mercurio producidos en la volatilización. El uso de guantes de goma en la prueba de mercurio es recomendable.

7 RESULTADOS

De acuerdo al resultado obtenido en la prueba se debe reportar lo siguiente:

El material analizado presenta fisuras o el material analizado no presenta fisuras, comprobándose la existencia o no de tensiones residuales.

8 BIBLIOGRAFIA

- ASTM B 154 73. Mercurous Nitrate Test for Copper and Copper Alloys.
- IRAM 733 64. Método de ensayo con nitrato mercurioso.
- COVENIN 1253 79. Cobre y sus aleaciones. Método del Nitrato mercurioso para detectar tensiones residuales.

APENDICE A

Sugerencias para la disposición final del nitrato mercurioso como material de desecho.

A 1) A las soluciones de nitrato mercurioso añada hidróxido de sodio (NaOH) hasta obtener un pH de 10 a 11.

A 2) Filtre el mercurio precipitado y otros metales pesados.

A 3) Aunque el filtrado sea bajo en mercurio libre o en iones mercúricos, debe ser tratado antes de desecharse.

A 4) A cada litro de filtrado, añada, dos gotas (0.1 ml) de sulfuro de amonio (NH_4) al 24%.

A 5) Después de la segunda filtrada, el filtrado puede ser desechado.

A 6) Los precipitados deben ser recogidos y almacenados con el mercurio contaminado de los ensayos.

México, D.F., Julio 22, 1981

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in purple ink, consisting of a large, stylized 'S' shape with a vertical line through it, and a horizontal line at the bottom.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 18, 1981