

PROYECTO de Norma Oficial Mexicana NOM-005-SSA1-1993, Salud Ambiental. Pigmentos de cromato de plomo y de cromomolibdato de plomo, extracción y determinación de plomo soluble. Métodos de prueba.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Salud.- Subsecretaría de Regulación y Fomento Sanitario.

PROYECTO de Norma Oficial Mexicana NOM-005-SSA1-1993, Salud Ambiental. Pigmentos de cromato de plomo y de cromomolibdato de plomo, extracción y determinación de plomo soluble. Métodos de prueba.

COMITE CONSULTIVO NACIONAL DE NORMALIZACION DE REGULACION Y FOMENTO SANITARIO

MERCEDES JUAN LOPEZ, Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 45, 46 fracción II y 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, me permito ordenar la publicación en el Diario Oficial de la Federación del proyecto de norma oficial mexicana NOM-005-SSA1-1993, Salud Ambiental. Pigmentos de cromato de plomo y de cromomolibdato de plomo, extracción y determinación de plomo soluble. Métodos de prueba.

El presente proyecto de norma oficial mexicana se publica a efecto de que los interesados dentro de los siguientes 90 días naturales, contados a partir de la fecha de su publicación, presenten sus comentarios ante el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, sito en Lieja No. 7, 1er. piso, colonia Juárez, código postal 06696, México, D. F.

Durante el plazo mencionado, los análisis que sirvieron de base para la elaboración del proyecto de norma estarán a disposición del público para su consulta en el domicilio del Comité.

México, Distrito Federal, a los diez días del mes de noviembre de mil novecientos noventa y tres.

SECRETARIA DE SALUD
SUBSECRETARIA DE REGULACION Y FOMENTO SANITARIO
PROYECTO DE NORMA OFICIAL MEXICANA
NOM-005-SSA1-1993

SALUD AMBIENTAL - PIGMENTOS DE CROMATO DE PLOMO Y DE CROMOMOLIBDATO DE PLOMO - EXTRACCION Y DETERMINACION DE PLOMO SOLUBLE - METODO DE PRUEBA

ESTA NORMA OFICIAL MEXICANA CONCUERDA CON LA NORMA ISO-3711-1990

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el método de prueba para la extracción y la determinación del contenido de plomo "soluble" en pigmentos de cromato de plomo y cromomolibdato de plomo.

Las extracciones se preparan en ácido clorhídrico a una concentración de 0.07 Mol/l, lo cual se eligió como una aproximación a las condiciones de acidez del estómago.

El método aquí descrito permite preparar extractos ácidos de porciones de prueba y cuantificar el contenido de plomo del extracto por un método gravimétrico.

2 REFERENCIAS

Esta Norma Oficial Mexicana se complementa con las normas:

Norma. "Seguridad de Juguetes y artículos escolares. Límites de biodisponibilidad de metales en artículos recubiertos con pinturas y tintas. Especificaciones químicas y métodos de prueba".

Norma. "Pinturas, recubrimientos y productos afines muestreo".

3 DEFINICIONES

- 3.1 Contenido de plomo "soluble" en el pigmento: El contenido de plomo de la pintura que es soluble en una solución de ácido clorhídrico 0.07 M.
- 3.2 M: en la solución significa que se encuentra a una concentración molar (Mol/l).
- 3.3 v/v: en la preparación de soluciones significa que es volumen/volumen.
- 3.4 m/m: en la preparación de soluciones significa que es masa/masa.

4 METODO DE PRUEBA

a) Principio

El pigmento se extrae en las condiciones aquí especificadas y el contenido de plomo en el extracto se determina gravimétricamente.

Determinación del contenido de plomo "soluble" en ácido

b) Reactivos

Durante el análisis use solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua con un grado 3 de pureza de acuerdo con ISO-3696.

- Acido sulfhídrico.
- Reactivo de ácido nítrico/bromo, saturar ácido nítrico 4 M con bromo.
- Acido clorhídrico 0.07 M.
- Acido sulfúrico concentrado, aproximadamente al 96% (m/m), densidad = 1.84 g/ml.
- Acido sulfúrico diluido, diluir 5 ml del ácido sulfúrico concentrado con agua, enfriando durante la adición, hasta 100 ml.
- Etanol al 95 % (v/v).

c) Aparatos

Usar aparatos y material de vidrio comunes de laboratorio además de los siguientes:

- Agitador mecánico.
- Baño maría capaz de mantenerse a $23 \pm 2^\circ\text{C}$.
- Horno capaz de mantenerse a $105 \pm 2^\circ\text{C}$.
- Mufla capaz de mantenerse a $500 \pm 25^\circ\text{C}$.
- Crisoles de vidrio poroso para filtración en vacío grado P16 (tamaño de poro de 10 a 16 μm).
- Crisol de sílica poroso para filtración en vacío grado P16 (tamaño de poro de 10 a 16 μm).

d) Procedimiento

Colocar 500 ml de la solución diluida de ácido clorhídrico 0.07M en un vaso de precipitados de 1000 ml y sumergirlo en el baño de agua a una temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

Permitir que el ácido diluido alcance la temperatura del baño. Agregar alrededor de 0.5 g de la muestra con 1 mg de tolerancia. Agitar la mezcla continuamente durante 1 hora a manera de mantener todo el pigmento en suspensión continua. Suspender la agitación y dejar el vaso y contenidos en el baño de agua por 1 hora más.

Filtrar la mezcla tan rápido como sea posible a través del crisol de vidrio poroso grado P16, de preferencia usando succión. Se desechan los primeros 25 ml del filtrado. No lave el crisol.

Colocar 400 ml del filtrado (preferentemente claro) en un vaso de precipitados. Pasar ácido sulfhídrico a través de la solución dentro de una campana de extracción con vitrina hasta saturación. Permitir que el precipitado de sulfuro de plomo se asiente de preferencia durante toda la noche y filtrar el sobrenadante a través de un crisol de vidrio poroso grado P16, empleando succión suave. Lavar el precipitado una vez por decantación con agua saturada con ácido sulfhídrico y transferirlo al crisol con un chorro de la misma agua usando una varilla de vidrio con hule en la punta para favorecer la transferencia. Lavar el precipitado en el crisol cinco veces con agua saturada con ácido sulfhídrico y descartar el filtrado y los lavados.

Disolver el precipitado de sulfuro de plomo de crisol por tratamiento con el reactivo de ácido nítrico/bromo y lavar el crisol cinco veces con agua caliente, colectando los lavados en un vaso de precipitados y enjuagar el vaso tres veces con pequeñas cantidades de agua caliente. Agregar al filtrado y lavados 8 ml de ácido sulfúrico concentrado y evaporar la solución cuidadosamente hasta la formación de densos humos blancos. Enfriar el vaso y su contenido, lavar el fondo con agua y reevapore el contenido hasta formar humos blancos. Enfriar nuevamente el vaso y su contenido, agregar 50 ml de etanol al 95% y 125 ml de agua y deje toda la mezcla en reposo durante toda la noche.

Filtrar el contenido del vaso de precipitados a través de un crisol de sílica grado P16 previamente tratado, lavar el precipitado una vez por decantación con una mezcla de partes iguales de etanol y ácido sulfúrico diluido y transferir al crisol con un chorro del mismo líquido de lavado, usando una varilla de vidrio con hule en la punta para ayudar en la transferencia. Lavar el precipitado con etanol hasta neutralizar, secar el crisol y el precipitado en el horno de secado y calentar al rojo vivo aproximadamente a 500° C en la mufla, hasta peso constante. Dejar enfriar en un desecador y pesar.

e) Expresión de resultados

El contenido de plomo soluble en ácido, expresado como porcentaje de peso de plomo, se da por la fórmula:

$$\frac{M1 \times V_o}{M_o \times V1} \times 68.32$$

En la práctica:

Mo	es la masa en gramos de la porción de prueba
M1	es la masa en gramos del residuo (PbSO ₄)
Vo	es el volumen en mililitros, de la solución de ácido clorhídrico 0.07M (usada para la extracción)
V1	es el volumen en mililitros, del extracto usado para la determinación

NOTA: Si se requiere expresar el contenido de plomo soluble en ácido, como por ciento en peso de PbO, use la fórmula:

$$\frac{M1 \times V_o}{M_o \times V1} \times 73.60$$

Donde Mo., M1, Vo y V1 tienen el mismo significado que en la fórmula anterior.

f) Informe de la prueba

El reporte de la prueba contendrá al menos la información siguiente:

- Referencia de esta norma.

- b) El tipo e identificación del producto probado.
- c) Los resultados de la prueba, cumpla o no el producto con los límites significativos de la especificación.
- d) Cualquier desviación, de los procedimientos especificados intencionalmente o por otra causa.

5 BIBLIOGRAFIA

Norma-Z-013/01-1977. "Guía para la redacción, estructuración y presentación de las Normas Oficiales Mexicanas".

6 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta Norma Oficial Mexicana es técnicamente equivalente con la norma ISO-3711-1990.

7 OBSERVANCIA DE LA NORMA

Laboratorios que realicen las determinaciones de pigmentos de cromato de plomo y de cromomolibdato de plomo, deberán cumplir con lo establecido en esta Norma Oficial Mexicana.

La vigilancia de la observancia de esta norma corresponde a la Secretaría de Salud, mediante muestreos aleatorios y siguiendo los procedimientos que marca la Ley General de Salud.

Para los casos que requieran de un procedimiento especial de muestreo, se utilizará como referencia la NOM-Z-12.

México, Distrito Federal, a los diez días del mes de noviembre de mil novecientos noventa y tres.- El Director General de Salud Ambiental, Filiberto Pérez Duarte.- Rúbrica.

Esta Norma Oficial Mexicana entrará en vigor el día siguiente de su publicación.

En la Ciudad de México, Distrito Federal, siendo el quinto día del mes de noviembre de mil novecientos noventa y tres, el suscrito licenciado Ignacio Ibarra Espinosa, Director de Legislación y Consulta de la Dirección General de Asuntos Jurídicos de la Secretaría de Salud, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 10 fracción XVII del Reglamento Interior de esta Secretaría y tercero del Acuerdo Secretarial número 57, CERTIFICA: que el presente Proyecto de Norma Oficial Mexicana es copia fiel de su original que se encuentra en los archivos de esta Dirección.- Conste.- Rúbrica.