

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".

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

FILIBERTO PEREZ DUARTE, Director General de Salud Ambiental, por acuerdo del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 38, fracción II, 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8o. fracción IV y 25 fracción V del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud, y

1 Objetivo y campo de aplicación

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 siguientes normas oficiales mexicanas:

Norma Oficial Mexicana. NOM-015/1-SCFI-SSA-1994. "Seguridad e información comercial en juguetes. Seguridad de juguetes y artículos escolares. Límites de biodisponibilidad de metales en artículos recubiertos con pinturas y tintas. Especificaciones químicas y métodos de prueba".

NOM-Z-12/2-1987. "Muestreo para la inspección por atributos-Parte 2: Métodos de muestreo, tablas y gráficas".

NOM-U-40. "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 Método 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.

- Ácido sulfhídrico.
- Reactivo de ácido nítrico/bromo, saturar ácido nítrico 4 M con bromo.
- Ácido clorhídrico 0.07 M.
- Ácido sulfúrico concentrado, aproximadamente al 96% (m/m), densidad = 1.84 g/ml.
- Ácido 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 tarado, 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 por ciento de peso de plomo, se da por la fórmula:

$$\frac{M1 \times V0}{\text{-----} \times 68.32}$$

$M0 \times V1$

En la práctica:

$M0$ es la masa en gramos de la porción de prueba

$M1$ es la masa en gramos del residuo ($PbSO_4$)

$V0$ 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:

M1 x Vo

----- x 73.60

Mo x V1

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:

- a) 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 Bibliografía

Muñoz H., Romieu I., Hernández-Avila M., et al. Blood Lead and Neurobehavioral Development among Children Living in Mexico City. Archives of Environmental Health. 1993; No. 3, Vol. 48:132-138.

Romieu I., Palazuelos R. E., Meneses E., Hernández-Avila M. Vehicular Traffic of Blood-Lead Levels in Children: A Pilot Study in Mexico City. Archives of Environmental Health. 1992; No. 4, Vol. 47:246-249.

Hernández-Avila M., Romieu I., Ríos C., et. al. Lead Glazed Ceramics Major Determinants of Blood Lead Levels in Mexican Women. Environmental Health Perspectives 1991; Vol. 94:117-120.

Romieu I., Palazuelos R., Hernández-Avila M, et al. Sources of Lead Exposure in Mexico City. Environmental Health Perspectives 1994; Vol. 102.

López-Rojas M., Santos-Burgoa, Ríos C., et al. Use of Lead-Glazed Ceramics is the Main Factor Associated to High Lead in Blood Levels in Two Mexican Rural Communities. Journal of Toxicology and Environmental Health. 1994; Vol. 42: 45-62.

Norma Oficial Mexicana NOM-Z-12/2-1987. "Muestreo para la inspección por atributos-Parte 2: Métodos de muestreo, tablas y gráficas".

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 la determinación 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 Norma Oficial Mexicana NOM-Z-12/2-1987. "Muestreo para la inspección por atributos-Parte 2: Métodos de muestreo, tablas y gráficas".

8 Vigencia

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor con su carácter obligatorio, al día siguiente de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 5 de septiembre de 1994.- El Director General de Salud Ambiental, Filiberto Pérez Duarte.- Rúbrica.

Fecha de publicación: 17 de noviembre de 1994