



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-K-229-1968**

**“DETERMINACION DE METALES PESADOS EN ACIDO  
SULFURICO”**

*“HEAVY METALS DETERMINATION - IN SULPHURIC ACID”*

**DIRECCION GENERAL DE NORMAS**

“DETERMINACION DE METALES PESADOS EN ACIDO SULFURICO”

“HEAVY METALS DETERMINATION - IN SULPHURIC ACID”

AVISO AL PUBLICO

Se hace del conocimiento de los particulares, que con fundamento en el Artículo 29 de la Ley General de Normas y de Pesas y Medidas, se les concede un plazo de tres meses contados a partir de la fecha de publicación del presente aviso, para que aporten a esta Dependencia Oficial, los datos necesarios y hagan las observaciones pertinentes, para la fijación de la Norma que a continuación se expresa, apercibidos que de no hacerlo, esta Secretaría aprobará dicha Norma en los términos que considere procedentes.

1 ALCANCE

1.1 La presente Norma establece el método para la determinación de metales pesados expresados como plomo en ácido sulfúrico.

1.2 El método se aplica cuando el contenido de metales pesados varía de 0.0001% a 0.0015%.

2 APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g.

Balanza granataria capaz de pesar 0.1 g.

Fotómetro con filtro para 625-650 milimicras y celdas de 15 mm a 25 mm de espesor.

Equipo usual de laboratorio.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

3.1 Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser reactivos analíticos a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua se entenderá agua destilada.

Hidróxido de amonio al 28% (NH<sub>4</sub>-OH).

Acido acético glacial (CH<sub>3</sub>-COOOH).

Acido sulfúrico concentrado de 95% libre de plomo (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Sulfito ácido de sólido (NaHSO<sub>3</sub>).

Solución de sulfuro de sodio al 10% (Na<sub>2</sub>S).

Solución de citrato de amonio al 40%.

Se disuelven 400 g de ácido cítrico en agua.

Se agregan lentamente y con agitación 340 ml de hidróxido de amonio al 28% hasta que la solución sea ligeramente alcalina, se afora con agua a 1000 ml.

Solución patrón de plomo que contenga 0.0001 g de Pb/ml.

Se pesan 0.1831 g de acetato de plomo ( $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{-COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) y se colocan en un matraz aforado de 1000 ml; se disuelve con 50 ml de agua, se agregan 5 gotas de ácido acético glacial y se afora con agua; se agita. Esta solución contiene 0.0001 g de Pb/ml.

### 3.2 Preparación de la gráfica de calibración.

3.2.1 De la solución patrón de plomo, se toman alícuotas de 1, 2, 4, 8, 12, 16, y 20 ml y se vacían en matraces aforados de 50 ml.

3.2.2 A cada matraz se agregan 5 ml de ácido sulfúrico concentrado y neutraliza con hidróxido de amonio al 28%. Se añaden 10 ml de solución de citrato de amonio se alcaliniza ligeramente con hidróxido de amonio, se afora con agua y se agregan 3 gotas de solución de sulfuro de sodio al 10%. Se agita ligeramente (ver 8.1.1.).

3.2.3 Se prepara un testigo con las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar la solución patrón.

3.2.4 Se fija el 100% de transmisión del fotómetro con el testigo y se determina el porcentaje de transmisión de cada una de las soluciones a 525-650 milimicras empleando celdas de 15 a 25 ml de espesor.

3.2.5 Se construye la gráfica con los resultados obtenidos.

## 4 PREPARACION DE LA MUESTRA

4.1 La muestra se extrae como se indica en la Norma NMX K-230- en vigor, se homogeneiza y se toman cantidades de ácido según sea el contenido de plomo, (4.1.1 y 4.1.2), para la determinación.

4.1.1 Cuando el contenido de metales pesados sea de 0.0001% o menos, se toman 200 g de ácido.

4.1.2 Cuando el contenido de metales pesados sea de 0.0015% o menos, se toman 50 g de ácido.

## 5 PROCEDIMIENTO

## 5.1 Principio

El método consiste en la formación de una solución coloidal colorida de sulfuro de plomo.

La coloración resultante se mide en un fotómetro, a 525-650 milicras y se compara con la de una serie de tipos que contienen cantidades conocidas de plomo.

## 5.2 Determinación

5.2.1 En un vaso de precipitado de capacidad adecuada se pesa una cantidad de muestra según 4.1.1 y 4.1.2 y se evapora bajo campana hasta un volumen de aproximadamente 5 ml.

5.2.2 Se agrega hidróxido de sodio con cuidado y agitando hasta casi neutralización y se filtra a través de papel filtro de poro cerrado (8.1.2), el filtrado se recibe en un matraz Erlenmeyer de 50 ml y el papel y el vaso se lavan con 5 ml de agua. Se deja enfriar, se añaden 10 ml de solución de citrato de amonio y suficiente hidróxido de amonio hasta que la solución sea ligeramente alcalina, si es necesario se deja enfriar y se transfiere a un matraz volumétrico de 50 ml: se afora con agua. Si la solución presenta un color amarillo se agregan unos cristales de hidrosulfito de sodio para decolorarla.

5.2.3 Se agregan 3 gotas de solución de sulfuro de sodio y se agita ligeramente.

5.2.4 Se prepara un testigo con las mismas cantidades de reactivos pero sin agregar la muestra.

5.2.5 Con el testigo se fija el 100% de transmisión del aparato a 525 650 milimicras y se determina el porcentaje de transmisión de la muestra.

## 6 CALCULOS Y RESULTADOS

El contenido de metales pesados expresados como plomo en tanto por ciento se calcula con la siguiente expresión:

$$\text{Metales pesados } \% = \frac{G_p}{G} 100$$

Donde:

Gp = Gramos de metales pesados correspondientes a la cantidad obtenida a partir de la gráfica de calibración.

G = Peso del ácido sulfúrico en gramos.

7 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe ser mayor de 0.00001% en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

8 APENDICE

8.1 Observaciones


8.1.1 La agitación vigorosa, salen de álcalis y tierra alcalinas tienden acoagular el sulfuro coloidal.

8.1.2 Es recomendable el papel filtro SS-602 ó similar.

8.3 Bibliografía

Farman, Standard Methods of Chemical Analysis Vol 1. 517-521 1965.

México, D.F., Julio 2, 1968  
EL C. OFICIAL MAYOR.



LIC. FRANCISCO RODRIGUEZ GOMEZ  
Fecha de aprobación y publicación: Octubre 22, 1969