



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-238-1968

**“METODO DE PRUEBA LA DETERMINACION DE METALES
PESADOS EN ACIDO CLORHIDRICO”**

*“METHOD OF TEST FOR HEAVY METALS IN HYDROCHLORIC
ACID”*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

“METODO DE PRUEBA LA DETERMINACION DE METALES PESADOS EN
ACIDO CLORHIDRICO”

“METHOD OF TEST FOR HEAVY METALS IN HYDROCHLORIC 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 de prueba para la determinación de metales pesados en ácido clorhídrico.

1.2 El método se aplica cuando el contenido de metales pesados varía de 0.0001 % a 0.001%.

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.

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 %.

Acido acético glacial.

Acido sulfúrico de 95 % libre de plomo.

Sulfato ácido de sodio.

Solución de sulfuro de sodio al 10%.

Solución de citrato de amonio al 40 %.

Se disuelven 400 g de ácido cítrico en agua, se agregan lentamente y agitando 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 Pb/ml.

Se pesan 0.1831 g de acetato de plomo ($\text{Pb}(\text{OAc})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) y se colocan en un matraz volumétrico de 1000 ml, se disuelven con 50 ml de agua, se agregan 5 gotas de ácido acético glacial y se afora con agua. Esta solución contiene 0.0001 g 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, 16 y 20 ml y se colocan en matraces volumétricos de 50 ml. A cada matraz se agregan 5 ml de ácido sulfúrico, se neutraliza con hidróxido de amonio, se adicionan 10 ml de la solución de citrato de amonio y se alcaliniza ligeramente con hidróxido de amonio.

Se agregan tres gotas de la solución de sulfuro de amonio y se agita ligeramente. (Ver 8.1.1).

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

3.2.3 Con el testigo se fija al 100 % de transmisión del aparato y se determina el porcentaje de transmisión a 525-650 milimicras, de cada una de las soluciones preparadas. Con los resultados obtenidos se construye la gráfica de calibración.

4 PREPARACION DE LA MUESTRA

4.1 La muestra se extrae como se indica en la Norma NMX-K-278 en vigor y se toman cantidades de ácido para la determinación según se indica en 4.1.1 y 4.1.2.

4.1.1 Cuando el contenido de metales pesados sea igual o menor de 0.0001 % se toman 200 ± 0.1 ml de ácido.

4.1.2 Cuando el contenido de metales pesados sea igual o menor de 0.0015 % se toman 50 ± 0.1 ml de ácido.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Principio

El método consiste en la formación de sulfuro de plomo coloidal. La intensidad de la coloración resultante se mide en un fotómetro a 525-650 milimicras 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 precipitados de capacidad adecuada se mide 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 solución de hidróxido de amonio 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.

5.2.3 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 sulfito ácido de sodio para decolorarla.

5.2.4 Se agregan tres gotas de solución de sulfuro de sodio y se agita ligeramente (8.1.1).

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

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

6 CALCULOS Y RESULTADOS

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

$$\text{Metales pesados \%} = \frac{G_p}{V \times d} \times 100$$

donde:

G_p = Gramos de metales pesados correspondientes a la cantidad obtenida a partir de la curva de calibración.

V = Mililitros de ácido clorhídrico empleados en la determinación.

d = Densidad del ácido clorhídrico.

7 PREPARACION DE LA PRUEBA

La diferencia máxima permisible entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe ser mayor de 0.00005 % en caso contrario se recomienda repetir la determinación.
NMX-K-238-1968

8 APENDICE

8.1 Observaciones

8.1.1 La agitación vigorosa, sales de álcalis y tierras alcalinas tienden a flocular el sulfuro coloidal.

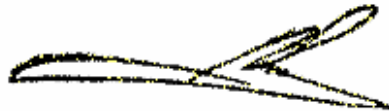
8.1.2 Es recomendable el papel filtro SS-602 ó similar.

8.2 Normas de referencia

8.3 Bibliografía

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

México, D.F., Junio 7, 1968
EL C. OFICIAL MAYOR



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