

SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-426-1976

**“ESTIFNATO DE PLOMO EMPLEADO COMO INICIADOR DE
DETONACION”**

“SPECIFICATION FOR LEAD STYPHINATE”

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

Los organismos participantes en la elaboración de esta Norma son los siguientes:

- DEPARTAMENTO DE LA INDUSTRIA MILITAR
Laboratorio Central de Pruebas.

- DEPARTAMENTO DE LA INDUSTRIA MILITAR
Fábrica de Estífnato de Plomo.

- DEPARTAMENTO DE LA INDUSTRIA MILITAR
Control de Calidad .- Fábrica de Cartuchos.

- CARTUCHOS DEPORTIVOS DE MEXICO, S.A.
Superintendencia de Ingeniería.

- DUPONT, S.A. DE C.V.
Departamento de Explosivos.

- NUODEX MEXICANA, S.A. DE C.V.

- SECRETARIA DE PATRIMONIO NACIONAL
Consejo de Recursos Minerales.

- ASOCIACION NACIONAL DE IMPORTADORES Y EXPORTADORES DE
LA REPUBLICA MEXICANA.

- CASCADE CARTRIDGE INTERNATIONAL, S.A. DE C.V.

“ESTIFNATO DE PLOMO EMPLEADO COMO INICIADOR DE
 DETONACION”

“SPECIFICATION FOR LEAD STYPHINATE”

1 OBJETIVO

Esta Norma establece las especificaciones de calidad que debe cubrir el producto conocido como estifnato de plomo; asimismo establece los métodos de prueba correspondientes.

2 CAMPO DE APLICACION

Esta Norma debe aplicarse a todos aquellos productos que utilicen en su composición básica estifnato de plomo, trinitrorresorsinato de plomo o tricinato de plomo ($PbC_6HO_8N_3$). El estifnato de plomo se emplea básicamente como iniciador de detonación y como ingrediente principal en composiciones detonantes no corrosivas.

3 CLASIFICACION Y DESIGNACION

Esta Norma considera un solo tipo de estifnato de plomo con un solo grado de calidad y es el que a continuación se especifica.

4 ESPECIFICACIONES

4.1 Químicas

4.2 Físico-químicas

Densidad aparente	1.30 - 1.60 g/ml
-------------------	------------------

4.3 Físicas

Los cristales del producto no deben presentar aristas, o agujas.

5 MUESTREO

5.1 Toma de muestra

Se debe tomar una muestra por cada lote de producción, la cual debe ser de 2 g máximo. Sobre estas muestras se efectúan las determinaciones que se establecen en esta Norma.

5.2 Criterio de aceptación

Todos los resultados deben quedar dentro de las tolerancias establecidas en la parte de especificaciones en esta Norma.

Cualquier incumplimiento de los resultados con respecto a las especificaciones ocasiona el rechazo del producto bajo inspección.

NOTA.- La muestra debe tomarse de la superficie del producto empacado en la bolsa de 3 kg teniéndose la precaución de usar anteojos, zapatos de hule conductor y ropas de algodón; en el momento de tomarse la muestra no deben usarse objetos personales como anillos, reloj, etc., que sean de metal. La humedad relativa en el lugar donde se toma la muestra, debe ser 80% mínima.

6 METODOS DE PRUEBA

6.1 Densidad aparente

6.1.1 Principio

Este método se basa en determinar el volumen aparente del polvo y relacionarlo con el peso del mismo.

6.1.2 Reactivos y Materiales

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se mencione el uso de agua debe entenderse agua destilada.

6.1.2.1 Estifnato de plomo

6.1.2.2 Alcohol butílico

6.1.3 Aparatos y/o instrumentos

6.1.3.1 Balanza analítica

- 6.1.3.2 Probeta graduada de 5 ml con graduaciones de 0.5 ml y un diámetro interno de aproximadamente 7.5 mm.
- 6.1.3.3 Espátula de hule
- 6.1.3.4 Frasco de vidrio
- 6.1.3.5 Esponja natural
- 6.1.3.6 Bote de hule conductor para desperdicios de estifnato
- 6.1.3.7 Estufa
- 6.1.4 Procedimiento
- 6.1.4.1 Transferir 3 ml de alcohol butílico normal en una probeta de 5 ml
- 6.1.4.2 Con una espátula de hule, agregar 2 gramos de muestra completamente seca pesada con aproximación de 1 mg e introducirla lentamente resbalándola sobre las paredes con el alcohol.
- 6.1.4.3 Agitar la probeta cuidadosamente por medio de inversiones por lo menos 5 veces, para garantizar que toda la muestra está húmeda.
- 6.1.4.4 Ajustar el volumen por medio de adiciones de alcohol hasta la marca de 5 ml.
- 6.1.4.5 Dejar reposar la probeta durante 3 horas.
- 6.1.4.6 Anotar el volumen ocupado por el material sólido (estifnato de plomo).
- 6.1.4.7 Transferir el producto ya medido al bote de hule conductor.
- 6.1.4.8 Lavar todo el equipo con agua.
- 6.1.4.9 Vaciar los desperdicios del bote al tanque de neutralización.
- 6.1.5 Cálculos

$$\text{Densidad aparente} = \frac{P}{V} = D$$

En donde:

- P = Peso del estifnato seco, en g;
- V = Volumen ocupado por la muestra, en ml;
- D = Densidad aparente, en g/ml.

6.2 Acidez

6.2.1 Principio

El método se basa en que al poner en contacto 2 soluciones de diferente concentración de iones hidrógeno se establece una fuerza electromotriz. Si una de las soluciones tiene una concentración de iones conocida (pH), por medio de la fuerza electromotriz producida, se puede conocer el pH de la otra solución (solución problema), ya que esa fuerza electromotriz es proporcional al pH de la solución problema.

6.2.2 Reactivos y materiales

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se mencione el uso de agua debe entenderse agua destilada.

6.2.2.1 Estifnato de plomo

6.2.2.2 Solución buffer

6.2.3 Aparatos y/o instrumentos

6.2.3.1 Balanza analítica;

6.2.3.2 Vaso de precipitados de 150 ml;

6.2.3.3 Potenciómetro.

6.2.4 Procedimiento

6.2.4.1 Transferir 1 gramo de muestra pesada con aproximación al mg a un vaso de 150 ml.

6.2.4.2 Agregar 100 ml de agua, la cual tenga un pH de 6.0 ± 0.5 y dejarla reposar con agitación ocasional durante 15 minutos.

6.2.4.3 Filtrar y determinar el pH del filtrado a 25°C por medio de un potenciómetro que sea capaz de medir pH dentro de 0.1 unidades de pH.

6.2.4.4 El potenciómetro debe tener electrodos de vidrio-calomel y debe calibrarse con solución buffer. Probar otros 100 ml de agua conjuntamente con la solución muestra y corregir el pH de la solución si hubiera algún cambio en el pH encontrado en la solución testigo.

6.3 Materia insoluble en acetato de amonio

6.3.1 Principio

Esta prueba se basa en la determinación de la solubilidad del producto (estifnato de plomo) en acetato de amonio.

6.3.2 Reactivos y materiales

Los reactivos deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada.

6.3.2.1 Estifnato de plomo;

6.3.2.2 Solución de acetato de amonio al 20%.

6.3.3 Aparatos y/o instrumentos

6.3.3.1 Balanza analítica;

6.3.3.2 Vaso de precipitados de 250 ml;

6.3.3.3 Estufa;

6.3.3.4 Crisol Gooch de vidrio;

6.3.3.5 Desecador;

6.3.3.6 Probeta graduada de 100 ml mínimo.

6.3.4 Procedimiento

6.3.4.1 Transferir un gramo de muestra seca, pesada hasta el miligramo a un vaso de 250 ml.

6.3.4.2 Agregar 100 ml de agua y entonces agregar con agitación constante 100 ml de solución de acetato de amonio al 20%.

6.3.4.3 Dejar reposar durante 15 minutos con frecuente agitación y filtrar la solución a través del crisol previamente tarado.

6.3.4.4 Transferir el residuo al crisol con agua y lavar este hasta que el color de los lavados sea incoloro.

6.3.4.5 Secar en la estufa entre 100 y 105 °C durante 1 hora, enfriar en el desecador y pesar.

6.3.5 Cálculos

Calcular el % de material insoluble en acetato de amonio como sigue:

$$\% \text{ de material insoluble en acetato de amonio} = \frac{100 A}{P}$$

En donde:

A = Peso del residuo, en g
 P = Peso de la muestra, en g.

6.4 Material soluble en éter

6.4.1 Principio

Esta prueba se basa en la determinación de la solubilidad del estifnato de plomo en éter.

6.4.2 Reactivos y materiales

Los reactivos deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada.

6.4.2.1 Estifnato de plomo

Eter etílico anhídrido;

Acido sulfúrico.

6.4.3 Aparatos y/o instrumentos

6.4.3.1 Balanza analítica;

6.4.3.2 Papel filtro;

6.4.3.3 Baño maría;

6.4.3.4 Desecador;

6.4.3.5 Vaso de precipitados.

6.4.4 Procedimiento

6.4.4.1 Transferir 2 g de muestra seca pesada con aproximación al mg a un vaso de 150 ml.

6.4.4.2 Agregar 50 ml de éter etílico anhídrido y dejar reposar, con agitación ocasional durante 15 minutos.

6.4.4.3 Filtrar a través de papel whatman N^o 40 o equivalente y recoger el filtrado en un vaso tarado de 100 ml.

6.4.4.4 Lavar con un total de 20 ml de éter

6.4.4.5 Evaporar el éter en el vaso de 100 ml en baño maría o con aire seco, colocarlo en el desecador conteniendo ácido sulfúrico hasta peso constante.

6.4.4.6 Correr un testigo con 70 ml de éter.

6.4.5 Cálculos

El % de material soluble en éter se calcula como sigue:

$$\% \text{ de material soluble en éter} = \frac{100 (A-B)}{P}$$

En donde:

A = Peso del residuo de la muestra, en g;

B = Peso del residuo del testigo, en g;

P = Peso de la muestra, en g.

6.5 Determinación de plomo

6.5.1 Principio

Este método se basa en la precipitación del plomo como sulfato de plomo usando ácido sulfúrico. El contenido de plomo se calcula aplicando el factor químico correspondiente.

6.5.2. Reactivos y materiales

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada.

6.5.2.1. Estifnato de plomo;

6.5.2.2. Acido nítrico concentrado;

6.5.2.3. Acido sulfúrico concentrado;

6.5.2.4. Alcohol etílico al 95%;

6.5.2.5. Acido sulfúrico al 5%.

6.5.3. Aparatos y/o instrumentos

6.5.3.1. Balanza analítica;

6.5.3.2. Vaso de precipitados;

6.5.3.3. Vidrio de reloj;

6.5.3.4. Parrilla eléctrica;

6.5.3.5. Crisol de vidrio o de Gooch con asbesto;

- 6.5.3.6. Estufa;
- 6.5.3.7. Mufla;
- 6.5.3.8. Desecador.
- 6.5.4. Procedimiento
- 6.5.4.1. Transferir de 0.45 a 0.55 g de muestra seca y pesada con aproximación al miligramo a un vaso de 250 ml.
- 6.5.4.2. Agregar 10 ml de ácido nítrico concentrado y 10 ml de ácido sulfúrico concentrado.
- 6.5.4.3. Cubrir el vaso con un vidrio de reloj calentar moderadamente en parrilla eléctrica hasta que se produzcan humos densos de trióxido de azufre.
- 6.5.4.4. Dejar enfriar el vaso durante 2 minutos.
- 6.5.4.5. Agregar 5 ml de ácido nítrico concentrado y caliente otra vez hasta la aparición de humos densos de trióxido de azufre.
- 6.5.4.6. Repetir la adición de ácido nítrico y calentar hasta evolución de humos y hasta que toda la materia orgánica sea destruída y la solución sea prácticamente incolora.
- 6.5.4.7. Quitar el vaso de precipitados de la parrilla y dejarlo enfriar.
- 6.5.4.8. Lavar el vidrio de reloj y las paredes laterales del vaso hacia adentro con unos 10 ml de agua.
- 6.5.4.9. Colocar el vaso descubierto en la parrilla y calentar nuevamente hasta evolución de humos densos de ácido sulfúrico.
- 6.5.4.10. Dejar enfriar y luego con mucho cuidado diluir con unos 100 ml de agua y otra vez dejar enfriar.
- 6.5.4.11. Agregar 25 ml de alcohol etílico del 95% y dejar reposar durante un mínimo de 2 horas.
- 6.5.4.12. Filtrar a través de un crisol de vidrio tarado de porosidad fina (o un Gooch con asbesto).
- 6.5.4.13. Transferir el precipitado a otro crisol con ácido sulfúrico al 5%, lavar el crisol 3 veces con ácido sulfúrico al 5% y 2 veces con alcohol etílico al 95%.
- 6.5.4.14. Secar en la estufa a 100 ó 105 °C durante 1/2 hora e incinerar en la mufla a 550 – 600 °C durante 15 minutos.
- 6.5.4.15. Enfriar en el desecador y pesar

6.5.5. Cálculos

El % de plomo en la muestra se calcula como sigue:

$$\% \text{ Pb} = \frac{68.32 \text{ A}}{\text{P}}$$

En donde:

A = Peso del residuo incinerado, en g;

P = Peso de la muestra, en g.

7 MARCADO Y ENVASADO, EMPAQUE Y/O EMBALAJE

7.1 Marcado

El producto considerado en esta Norma debe marcarse con los siguientes datos.

- Nombre o razón social del fabricante;
- Nombre del producto;
- Tipo y grado de calidad;
- Número de lote o de serie;
- Peso del contenido, en kg;
- La Leyenda "HECHO EN MEXICO" y ;
- La designación de esta Norma cuando la Secretaría de Industria y Comercio así lo autorice.

7.2 Envasado

El estífnato de plomo es un producto sumamente sensible al impacto y se debe envasar como sigue:

7.2.1 Se colocan aproximadamente 3 kg de material húmedo con 25% de humedad en exceso en un lienzo de hule natural de 50 cm².

7.2.2 Se cierra con una liga de hule, se colocan 18 de estos paquetes en una bolsa de lona ahulada de 30 cm de diámetro por 50 cm de altura.

7.2.3 Se colocan dos de estas bolsas en una bolsa de lona ahulada de 60 cm de diámetro por un metro de altura y se cierra con cordón de algodón perfectamente atado.

7.2.4 Se llena un tambor de madera hasta 30 cm del fondo con aserrín de madera, se introduce la bolsa grande, se ponen a continuación las dos bolsas pequeñas y se cierra la primera.

7.2.5 Se adiciona aserrín a los lados de la bolsa y se cubre enteramente con el aserrín

7.2.6 Posteriormente se llena de agua de tal manera que el aserrín quede embebido con el agua.

7.2.7 Se coloca la tapa metálica y se pone el cincho de metal, el cual en ambos extremos tiene entrada para un tornillo, se atornilla contra la tuerca colocando previamente roldanas planas y se aprieta hasta que quede la tapa perfectamente asegurada.

8 APENDICE

8.1 Bibliografía

F.W. Brown, D.H. Dusler y F.C. Gibson
"Sensitivity of explosives to Initiation by Electrostatic Discharges" U.S. Department
Interior Bureau of Mines RI 3852. 1946.

C. Lenchitz, "Ice Calorimeter Determination of Enthalpy and Specific Heat of Eleven
Organo-metallic Compound", Patr N^o 2224.
November 1955.

The Science of High Explosives by Mewin A. Cook Reinhold Publishing Corporation
1963.

9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta Norma no concuerda con ninguna Norma Internacional por no existir Normas al respecto.

México, D.F., Octubre 22, 1976

EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS
ING. CESAR LARRAÑAGA ELIZONDO
Fecha de aprobación y publicación: Noviembre 1, 1976