



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-W-016-1961

TUBOS DE PLOMO

LEAD TUBES

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

TUBOS DE PLOMO

LEAD TUBES

1 DEFINICION Y GENERALIDADES

1.1 Definición

Se entiende por tubos de plomo los conductos de sección transversal circular, fabricados de plomo y que pueden estar provistos de uniones para que en determinadas condiciones formen un sistema continuo llamado tubería.

1.2 Generalidades

1.2.1 Usos

Los tubos que se especifican en esta Norma se usan en la distribución de agua potable y desagüe de aguas negras o pluviales, debiendo estar oculta la tubería. También se usan para desagüe en laboratorios químicos e instalaciones industriales donde se emplean ácidos.

2 CLASIFICACION Y ESPECIFICACIONES

2.1 Clasificación

Los tubos de plomo se clasifican de acuerdo con su espesor en 5 tipos:

2.1.1 Tipo R = Reforzado.

2.1.2 Tipo M = Mediano.

2.1.3 Tipo D = Delgado.

2.1.4 Tipo A = Abastecimiento de agua potable.

2.1.5 Tipo E = Especial.

Los tipos R, M, D y A, serán de un solo grado de calidad.

2.2 ESPECIFICACIONES

2.2.1 Físicas

2.2.1.1 Dimensiones y tolerancias

Las dimensiones y tolerancias de los tubos de plomo, relacionadas en sus diámetros serán las indicadas en la Tabla I.

2.2.1.2 Peso

El peso mínimo por metro lineal está especificado en la Tabla I.- Los tubos con un diámetro menor de 38 mm se venderán en rollos con un peso de 70 kg. cada uno y los tubos con diámetro mayor de 38 mm se venderán en tramos de 3 metros.

2.2.1.3 Presión hidráulica de ruptura

Será la indicada en la Tabla I, con tolerancia en menos de 5 % en cada prueba individual. Se calculará por la siguiente fórmula:

$$Pr = \frac{2 e(0.9 tp)}{d}$$

Donde:

Pr = Presión hidráulica de ruptura, en kg/cm².

0.9 = Factor de seguridad.

e = Espesor en cm.

tp = *Resistencia de ruptura a la tracción del plomo en kg/cm².

d = Diámetro en cm.

* El valor utilizado para obtener los resultados en la Tabla I, fue de 133 kg/cm².

2.2.1.4 Presión hidráulica de trabajo

Será la indicada en la Tabla I sin que sufran deformaciones o se originan fugas durante su vida útil en servicio y será calculada como sigue:

$$Pt = \frac{Pr}{8}$$

Donde:

Pt = Presión hidráulica de trabajo.

Pr = Presión hidráulica de ruptura.

2.2.1.5 En los tubos del tipo E, el diámetro interior, espesor de pared y composición química, será de común acuerdo entre comprador y vendedor, considerándose las

tolerancias de los tubos según la Tabla I. Estos tubos se podrán fabricar siempre y cuando no afecten la salud y seguridad pública.

2.2.2 Químicas

2.2.2.1 Composición

Los tubos de plomo serán fabricados con plomo de 99.8 % como mínimo para los tipos R, M, D y A.

2.2.2.2 Resistencia a la acción de los ácidos

los tubos deberán resistir la acción de los ácidos clorhídrico (HCl), sulfúrico (H₂SO₄) o acético (CH₃COOH), en solución normal, el porcentaje de materia soluble no excederá de 0.25 %, calculada como sulfatos.

TABLA I

Diámetro interior nominal		Espesor de pared		Peso aproximado kg/m lineal.	Presión hidráulica de ruptura kg/cm ²	Presión hidráulica de trabajo kg/cm ²
mm	Tolerancias mm	mm	Tolerancias mm			

R E F O R Z A D O

101.6	± 0.2	4.0	± 0.1	15.100	9.09	1.13
88.9	± 0.2	4.0	± 0.1	13.300	10.33	1.29
76.2	± 0.2	4.0	± 0.1	11.500	11.97	1.4
63.5	± 0.2	4.0	± 0.1	9.700	14.22	1.7
50.8	± 0.2	4.0	± 0.1	7.800	17.51	2.1
38.1	± 0.2	4.0	± 0.1	6.000	22.80	2.85
25.4	± 0.2	4.0	± 0.1	4.200	32.65	4.08
19.1	± 0.2	4.0	± 0.1	3.300	41.55	5.19
15.9	± 0.2	4.0	± 0.1	2.900	48.24	6.03
12.7	± 0.2	4.0	± 0.1	2.400	57.48	7.18

M E D I A N O

101.6	± 0.2	3.0	± 0.1	11.200	9.17	1.14
88.9	± 0.2	3.0	± 0.1	9.900	10.44	1.30
76.2	± 0.2	3.0	± 0.1	8.500	12.12	1.51
63.5	± 0.2	3.0	± 0.1	7.150	14.43	1.80
50.8	± 0.2	3.0	± 0.1	5.800	17.84	2.23
38.1	± 0.2	3.0	± 0.1	4.450	23.35	2.91
25.4	± 0.2	3.0	± 0.1	3.050	33.80	4.22
19.1	± 0.2	3.0	± 0.1	2.400	43.43	5.42
15.9	± 0.2	3.0	± 0.1	2.100	50.79	6.34
12.7	± 0.2	3.0	± 0.1	1.700	61.14	7.64
9.5	± 0.2	3.0	± 0.1	1.350	76.80	9.60

D E L G A D O

101.6	± 0.2	2.0	± 0.1	7.500	9.26	1.15
88.9	± 0.2	2.0	± 0.1	7.000	10.59	1.32
76.2	± 0.2	2.0	± 0.1	6.200	12.27	1.53
63.5	± 0.2	2.0	± 0.1	4.500	14.65	1.83
50.8	± 0.2	2.0	± 0.1	4.000	18.18	
38.1	± 0.2	2.0	± 0.1	2.800	23.94	
25.4	± 0.2	2.0	± 0.1	2.400	35.03	4.37
19.1	± 0.2	2.0	± 0.1	1.600	45.49	5.68
12.7	± 0.2	2.0	± 0.1	1.200	65.30	8.16
6.4	± 0.2	2.0	± 0.1	0.500	114.28	14.28

P A R A A B A S T E C I M I E N T O D E A G U A P O T A B L E

38.1	± 0.2	8.9	± 0.1	14.300	49	7
25.4	± 0.2	5.9	± 0.1	6.600	49	7
19.1	± 0.2	4.4	± 0.1	3.700	49	7
15.9	± 0.2	3.7	± 0.1	2.600	49	7
12.7	± 0.2	2.96	± 0.1	1.700	49	7

2.2.3 Acabado

2.2.3.1 El tubo no tendrá depresiones en sus paredes que hagan variar el diámetro más del 5% con relación al diámetro obtenido en una sección adyacente no afectada, no deberá presentar en la superficie burbujas, reventadas o sobresalientes, no deberá presentar grietas.

2.2.4 Marcado

2.2.4.1 Cada tramo o rollo de tubo deberá tener las iniciales o nombre de la persona, compañía o corporación que los haya manufacturado, así como las iniciales de la clasificación de acuerdo con la Norma.

2.2.4.2 Las marcas serán hechas con cualquier sistema que permita su fácil identificación; se deberá estampar en cada tramo o rollo el Sello de Garantía y la leyenda "HECHO EN MEXICO.

2.2.5 Empaque

El tubo que se suministra para el uso de otras ciudades donde no está ubicada la fabrica, deberá empacarse de manera adecuada para que se reciba en buenas condiciones.

3 METODOS DE PRUEBA

3.1 Muestreo

3.1.1 Para la inspección sistemática del cumplimiento de la Norma

3.1.1.1 Para efectuar el análisis químico de los tubos de plomo, tómnese 5 tubos al azar de los que se están terminando al momento de la toma de muestra y sobre ellos efectúese el análisis rutinario de la fabrica. Si el material no cumple las especificaciones de la norma, serán rechazados los tubos de esa vaciada.

3.1.2 Para reclamaciones y expedición de certificados de garantía

3.1.2.1 Para este objeto se recomienda que

3.1.2.1.1 Lote de entrega

EL lote de entrega comprenderá el número total de tramos o rollos motivo de la transacción comercial y se podrá muestrear en la fábrica o en el lugar que convengan comprador y vendedor.

3.1.2.1.2 Lote de prueba

EL lote de prueba consistirá de unidades de la misma forma y tamaño señalada al azar del lote de entrega y será igual a la raíz cuadrada del número total de esas unidades.

3.1.2.1.3 Lote de muestras

De cada lote de prueba, se examinará el 10 % para construir el lote de muestra y se tomarán al azar 2 metros como mínimo de 3 rollos . En caso de tercería, se dividirá el lote anterior en 3 partes, una para el interesado, otra para la D.G.N. y la última para quién intervenga en la tercería.

3.1.2.1.4 Aceptaciones o rechazos

El consumidor inspeccionará el producto al momento de recibirlo y si el material no cumple con las especificaciones de esta Norma, podrá rechazar la partida en ese momento o en un tiempo no mayor de treinta días, a partir del momento de la recepción, siempre cuando compruebe su buen manejo.

3.2 Determinaciones

3.2.1 Físicas

3.2.1.1 Prueba hidrostática

3.2.1.1.1 Aparatos

Para esta prueba se usará cualquier dispositivo de ensaye de presiones hidráulicas para conductos cilíndricos delgados.

3.2.1.1.2 Procedimiento

Se tomará un tramo de dos metros de tubo de plomo cerrado en uno de sus extremos, por medio de soldadura, para impedir cualquier fuga; el extremo opuesto, se le colocará un niple adecuado, con sus tuercas de unión conectado a la tubería donde se encuentra la bomba, la presión será registrada por un manómetro.

La presión será aplicada gradualmente, hasta alcanzar la presión hidráulica máxima de ruptura del tubo, la que se especifica en la Tabla I.

3.2.1.2 Peso

Se determinará por cualquier método adecuado, debiendo usarse una balanza con una exactitud de ± 5 g.

3.2.1.3 Dimensiones

Los tubos se medirán por cualquier dispositivo adecuado, debiendo usarse aparatos con una exactitud de ± 1 mm. También se puede obtener la longitud del tubo por medio de la relación del peso del rollo, respecto al peso de un metro de tubo.

3.2.2 Químicas

3.2.2.1 Determinación de bismuto, plata y cobre por el método de electrólisis interna.

3.2.2.1.1 Preparación de la solución problema

3.2.2.1.1.1 Aparatos

Úsese el aparato mostrado en la fig. 1 que consiste de dos ánodos de plomo sumergidos en celdillas de alúmdum y un cátodo de gasa de platino; ajústelo a un vaso de 400 ml. Los tres electrodos se unirán a un solo tornillo de conexión, de tal manera que se haga un buen contacto.

Balanza analítica.

Parrilla eléctrica.

3.2.2.1.1.2 Reactivos

Acido tartárico sólido. Solución de permanganato de potasio. (10 g por litro).

Urea sólida. Acido nítrico al 33 %. Acido nítrico al 3 %.

3.2.2.1.1.3 Procedimiento

En un vaso de 400 ml póngase 20 g de muestra, 1 g de ácido tartárico y 100 ml de ácido nítrico al 33 %. Calientese para disolver la muestra y después hiérvase hasta expeler vapores café. Dilúyase a 350 ml, enfríese a 40°C y con agitación agréguese solución de permanganato de potasio hasta que persista un color rosa por 1 ó 2 minutos. Calientese a 65-70°C, para destruir el color y agréguese 0.05 g de urea. Efectúe la electrólisis interna a esta temperatura, agitando a unas 800-1000 r.p.m y usándose ácido nítrico al 3 % como solución anódica. Durante la electrólisis, nivélense dos veces las cámaras del ánodo, lavándose los lados del matraz y las celdas anódicas y agregándose 0.05 g de urea.

Cuando la depositación del bismuto, plata y cobre sea completa, quítese la mayor parte del electrolito por medio de sifón, agregándose al mismo tiempo 1 litro de agua. Quítese el vaso y repóngase inmediatamente con otro que contenga agua. Sepárese el electrodo y lávese con agua.

Pásese el electrodo a un matraz de boca ancha de 250 ml y disuélvase la placa metálica con 5 ml de HNO₃ caliente. Lávese el electrodo con agua mientras se va secando del matraz y hiérvase la solución hasta expeler vapores café. Enfríese a temperatura ambiente, dilúyase a 10 ml en un matraz volumétrico y mézclese. Sobre esta solución, hágase la determinación de bismuto, cobre y plata.

3.2.2.1.2 Bismuto por el método de tiourea

3.2.2.1.2.1 Reactivos

Solución tipo de bismuto (1 ml = 0.1 mg de Bi).

Solución de tiourea (50 g por litro) solución recientemente preparada).

3.2.2.1.2.2 Aparatos

Electrofotómetro.

Vasos de 150 ml.

Matraces volumétricos de 100 ml.

3.2.2.1.2.3 Procedimiento

3.2.2.1.2.3.1 Preparación de los tipos colorimétricos

Estabilidad del color.- La estabilidad del color del bismuto-tiourea dura por lo menos una hora. La temperatura de la muestra tipo y problema a la hora de tomar las lecturas fotométricas debe ser la misma, ya que el color del complejo bismuto-tiourea, varía con la temperatura.

Solución de calibración.- Póngase en 7 vasos de 150 ml 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 12.0, 16.0 y 20.0 ml de la solución de bismuto, evapórese a sequedad sobre una plancha caliente. Agréguese 5 ml de ácido nítrico al 10 % en cada vaso; agítese.

Pásese las soluciones a matraces volumétricos de 100 ml y dilúyase a 40 ml con agua, mézclese, agréguese 50 ml de la solución de tiourea, dilúyase a la marca y mézclese.

Pásese una alícuota adecuada de las soluciones de referencia a una celda de absorción y ajústese el fotómetro al punto inicial, usándose una banda de luz centrada en aproximadamente 440 mm y hágase las lecturas fotométricas de las soluciones.

Hágase una curva de calibración llevando la lecturas fotométricas contra los mg de bismuto por 100 ml de solución.

3.2.2.1.2.3.2 Preparación de la muestra

De la solución problema preparada inicialmente, pásese una alícuota de 2 a 10 ml. Agréguese 5 ml de HNO₃ al 10 % y dilúyase a 40 ml con agua, agréguese 50 ml de solución de tiourea, dilúyase a la marca y mézclese.

Tómese la lectura fotométrica de la solución de igual manera que para las soluciones de calibración.

3.2.2.1.2.4 Cálculos

Conviértase la lectura fotométrica de la solución problema a mg de bismuto por medio de la curva de calibración.

$$\% \text{ de Bi} = \frac{A}{B \times 10}$$

En donde:

A = mg de bismuto encontrados en la alícuota usada.

B = g de muestra representados en la alícuota usada.

3.2.2.1.3 Determinación de la plata por el método turbidimétrico

3.2.2.1.3.1 Reactivos

Acido clorhídrico al 10 %.

Solución valorada de plata (1 ml = 0.2 mg de Ag) disuélvase 0.315 g de AgNO₃ y dilúyase a un litro.

Acido nítrico al 33 %.

3.2.2.1.3.2 Aparatos

Tubos de Nessler de 100 ml.

Buretas.

3.2.2.1.3.3 Procedimiento

3.2.2.1.3.3.1 Preparación de los tipos turbidimétricos

Póngase en tubos de Nessler de 100 ml porciones de la solución valorada de plata correspondientes a 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8 y 2.0 mg de plata.

Agréguese 5 ml de ácido nítrico al 33 % y dilúyase a 98 ml

Agréguese 1 ml de ácido clorhídrico al 10% dilúyase a la marca y mézclese.

El HCl deberá agregarse a lo tipos y a la muestra al mismo tiempo.

3.2.2.1.3.3.2 Preparación de la muestra

Póngase lo que resta de la solución problema preparada inicialmente, (o una alícuota que contenga no más de 2.0 mg de Ag) en un tubo de Nessler de 100 ml. Dilúyase a 98 ml y agréguese un ml HCl al 10 % dilúyase a la marca y mézclese. Compárese el tubo con los tipos después de 5 minutos.

3.2.2.1.3.4 Cálculos

Obtégase el porcentaje de plata por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Ag} = \frac{A}{B \times 10}$$

En donde:

A = mg de plata encontrados en la alícuota usada.

B = g de muestra representados en la alícuota usada.

3.2.2.1.4 Determinación de cobre por el método del yoduro

3.2.2.1.4.1 Reactivos

Solución de yoduro de potasio (400 g de KI por litro) (Solución recientemente preparada).

Solución de tiocianato de sodio (200 g de NaSCN por 1).

Solución tipo de cobre (1 ml = 0.001 g de Cu).

Solución valorada de tiosulfato de sodio (1 ml = 0.0006 g de Cu).
aproximadamente 0.01 N).

Acido sulfúrico al 50 %.

Hidróxido de amonio.

Solución de engrudo de almidón.

3.2.2.1.4.2 Aparatos

Vaso de 250 ml.

Buretas.

3.2.2.1.4.3 Procedimiento

Úsese la solución en la cual se efectuó la determinación de plata y lo que resta de la solución problema preparada en 3.2.2.1.1., si se usó alícuota para la determinación de plata. Pásese la solución a un vaso de 250 ml y agréguese 2 ml de H₂SO₄ y evapórese hasta aparición de vapores blancos, enfríese, lávese las paredes del vaso con 5 ml de agua y de nuevo evapórese, hasta aparición de humos blancos.

Enfríese y agréguese 50 ml de agua, neutralícese la solución con unas gotas de NH₄HO, reacidifíquese con unas gotas de H₂SO₄ y póngase 2 gotas de exceso. Enfríese, agréguese 5 ml de la solución de KI, mézclese y agréguese 5 ml de la solución de NaSCN. Titúlese la solución con solución de tiosulfato de sodio usando indicador de engrudo de almidón.

Si la muestra contiene bismuto, agréguese casi al final de la titulación el indicador.

3.2.2.1.4.4 Cálculos

Obtégase el porcentaje de cobre por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Cu} = \frac{A \cdot B}{C} \times 100$$

En donde:

A = ml de solución de tiosulfato de sodio necesarios para titular la muestra.

B = Cobre equivalente al $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en g por ml.

C = g de muestra representados en la alícuota usada.

3.2.2.2 Determinación de arsénico, antimonio y estaño por el método de co-precipitación con manganeso

3.2.2.2.1 Reactivos

Solución de permanganato de potasio (20 g por litro).

Solución de nitrato de manganeso (100 g de $\text{Mn}(\text{NO}_3)$ por litro).

Solución de persulfato de amonio (100 g de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ por litro) recientemente preparada.

Solución valorada de bromato de potasio, 0.01 N.

Anaranjado de metilo (1 g por litro).

Solución de cloruro de antimonio (1 g de SbCl_3 por 1). Disuélvase 1 g de SbCl_3 en 200 ml de HCl y dilúyase a 1 litro.

Plomo de prueba.- Plomo que contenga menos de 0.001 % de estaño.

Acido nítrico al 25 %.

Solución de yoduro de potasio (100 g de KI por 1), recientemente preparado.

Hidróxido de amonio concentrado.

Solución de almidón (10 g por litro).

Acido sulfúrico concentrado.

Solución tipo de estaño (10 g por litro).

Cloruro de sodio sólido.

Solución valorada de yodato de potasio (1 ml = 0.006 g de Sn) (Aproximadamente 0.01 N).

Sulfato de hidracina sólido.

3.2.2.2.2 Aparatos

Aparato para la determinación de arsénico por destilación.- (fig. 2).- Consta de un matraz Erlenmeyer de 300 a 500 ml con un tapón de vidrio que tiene un tubo de destilación, un termómetro y un tubo regulador de presión que sale casi desde el fondo del matraz. El tubo de destilación se introduce en un vaso de precipitados.

Aparato para la reducción de estaño.- Consiste en un matraz Erlenmeyer tapado con un tapón de hule horadado que tiene insertado un tubo para sifón y éste se sumerge a un vaso de precipitados.

Buretas.

Placa para calentamiento.

Balanza analítica.

Papel filtro.

Embudo de vidrio.

Matraz de filtración.

Embudo Büchner

3.2.2.2.3 Preparación de la solución problema

Póngase 50 g de muestra en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. agréguese 250 ml de HNO_3 al 25 %. Calientese para disolver la muestra y hiérvase hasta aparición de vapores café. Dilúyase a 300 ml, hiérvase y agréguese 20 ml de solución de nitrato de manganeso y hiérvase 1 ó 2 minutos más. Enfríese, filtre y lávese el filtrado con agua caliente.- Guárdese el filtrado.

Pásese papel y precipitado anterior al matraz original, agréguese 15 ml de H_2SO_4 concentrado y 35 ml de HNO_3 . Colóquese el matraz sobre una plancha caliente y hiérvase para destruir el papel filtro. Guárdese esta solución.

Al filtrado caliente guardado en el primer párrafo. agréguese, agitando 35 ml de H_2SO_4 al 50 %, filtre a través de un papel filtro fino, en un embudo Büchner, lávese con agua y tírese el precipitado (PbSO_4). Neutralícese el filtrado con NH_4OH hasta color azul de ion Cu-amonio o bien, con papel tornasol, y luego agréguese 15 ml de exceso. Hiérvase, agréguese 10 ml de solución de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ y hiérvase un minuto más. Filtrese a través de papel filtro, lávese el precipitado 3 ó 4 veces con agua caliente y tírese filtrado y lavados.

Pásese el papel y precipitado al matraz que contiene la solución del segundo párrafo, con lo cual el matraz contiene todo el arsénico, antimonio y estaño además de algo de manganeso y plomo. Agréguese 35 ml de HNO_3 y hiérvase para destruir el papel filtro. Evapórese hasta aparición de vapores blancos. Enfríese. agréguese unos 0.2 g de sulfato de hidracina, lávese las paredes del matraz con agua y evapórese hasta aparición de vapores blancos y después hasta dejar unos 10 ml de solución. Enfríese y lávese los lados del matraz con 10 ml de agua, agréguese 50 ml de HCl y 10 g de NaCl . Conéctese el matraz al aparato de destilación (fig. 2) póngase en el vaso receptor 200 ml de agua, Calientese el matraz de destilación hasta ebullición y continúese hasta que el vapor alcance 105°C . Desconéctese el matraz de destilación y quítese de la plancha caliente. Esta solución contiene el antimonio y estaño. El vaso receptor contiene el arsénico.

3.2.2.2.4 Determinación de arsénico

3.2.2.2.4.1 Procedimiento

Calíntese el destilado del vaso receptor, casi a ebullición y titúlese a 50°-80°C. con solución valorada de KBrO_3 usando anaranjado de metilo como indicador, que se agregará preferiblemente al final de la titulación.

3.2.2.2.4.2 Cálculos

Obténgase el porcentaje de arsénico de la siguiente fórmula:

$$\% \text{ As} = \frac{V \times N \times 0.0375}{P} \times 100$$

En donde:

V = ml de bromato de potasio necesarios para titular la muestra.

N = Normalidad de la solución de KBrO_3 .

P = g de muestra usados.

3.2.2.2.5 Determinación de antimonio

3.2.2.2.5.1 Procedimiento

Úse la solución que contiene el antimonio y el estaño agréguese 200 ml de agua caliente y caliéntese a 80-90°C titúlese la solución caliente con solución de bromato de potasio, usando anaranjado de metilo como indicador.

Esta misma solución sirve para la determinación de estaño.

3.2.2.2.5.2 Cálculos

Obténgase el porcentaje antimonio como sigue:

$$\% \text{ Sb} = \frac{V \times N \times 6.09}{P}$$

En donde:

V = ml de solución de KBrO_3 necesarios para titular la muestra.

N = Normalidad de la solución de KBrO_3 .

P = g de muestra usada.

3.2.2.2.6 Determinación de estaño

3.2.2.2.6.1 Procedimiento

Dilúyase la solución que se usó determinar antimonio, a 350 ml agréguese 75 ml de HCl y 10 ml de solución de SbCl_3 . Agréguese 5 g de plomo de prueba y hiérvase 5 minutos. Cuando la depositación de los metales nobles sea completa, fíltrese por decantación a través de algodón o lana de vidrio, sobre un Erlenmeyer de 500 ml y lávese con agua. Agréguese 5 g de Pb de prueba.

Tápese el matraz como lo indica la figura 3. Caliéntese la solución a ebullición y hiérvase 1 hora.

Cuando la reducción sea completa, enfríese el contenido del matraz hasta 10°C , manténgase atmósfera de CO_2 gaseoso dentro del matraz, métase la punta del tubo exterior dentro de una solución saturada de bicarbonato de sodio. Agréguese 5 ml de solución de almidón. Tílese con solución de yodato de potasio hasta que persista la sombra azul.

3.2.2.2.6.2 Cálculos

Obténgase el porcentaje de estaño como sigue:

$$\% \text{ Sn} = \frac{A \cdot B}{C} \times 100$$

En donde:

A = ml de solución de KIO_3 necesarios para titular la muestra.

B = Estaño equivalente a la solución de KIO_3 , en g por ml.

C = Peso en g de muestra.

3.2.2.3 Determinación de fierro por el método de la Orto-fenantrolina

3.2.2.3.1 Reactivos

Solución valorada de fierro. (1 ml = 0.02 mg de Fe).- Dilúyase 0.1405 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de HCl (al 5%) dilúyase a un litro.

Solución Buffer de acetato sódico-ácido acético.

Disuélvase 270 g de acetato de sodio anhidro en 500 ml de agua, agréguese 240 ml de ácido acético y dilúyase a 1 litro.

Solución de clorhídrico-hidroxilamina (10 g de $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ por litro) recientemente preparada.

Solución de orto-fenantrolina (2 g por litro).

Plomo de prueba.- Plomo que contenga menos de 0.001 % Fe.

3.2.2.3.2 Aparatos

Balanza analítica.

Matraces volumétricos de 100 ml.

Pipetas.

Electrofotómetro.

3.2.2.3.3 Procedimiento

3.2.2.3.3.1 Preparación de la curva de calibración

Póngase en 5 matraces volumétricos de 100 ml 1.0, 2.0, 4.0, 8.0 y 12.0 ml de la solución valorada de hierro, dilúyase a 60 ml, agréguese 10 ml de solución Buffer y mézclese. Agréguese 5 ml de solución de o-fenantrolina y dilúyase a la marca y mézclese.

Pásese una alícuota adecuada de la solución de referencia a una celda de absorción y ajústese el fotómetro en el punto inicial usando una banda de luz centrada aproximadamente en 490 nm. Hágase con este ajuste la lecturas fotométricas de las soluciones de calibración.

Constrúyase una gráfica con las lecturas fotométricas de las soluciones de calibración contra los mg de hierro en 100ml de solución.

3.2.2.3.3.2 Preparación de la muestra

Pásese 2.0 g de muestra a un vaso de precipitados agréguese 10 ml de HNO₃, tápese y caliéntese hasta que la muestra se disuelva. Agréguese 5 ml de HClO₄ y hiérvase hasta reducir el volumen a 2 ml.

Agréguese 40 ml de agua y 1 g de plomo de prueba, hiérvase 15 minutos para recolectar todo el cobre. Enfríese y fíltrese la solución por decantación.

Lávese con agua, si es necesario, puede agregarse mas plomo de prueba y fíltrese a través de un papel filtro fino.

Pásese la solución, ó una alícuota adecuada, a un matraz volumétrico de 100 ml. Dilúyase a 50-60 ml agréguese 25 ml de solución Buffer, mézclese, agréguese 2 ml de solución de clorhídrico hidroxilamina y mézclese.

Agréguese 10 ml de solución de o-fenantrolina, dilúyase a la marca y mézclese.

Tómese las lecturas fotométricas de la solución problema.

3.2.2.3.4 Cálculos

Conviértase las lecturas fotométricas de la muestra ó alícuotas a mg de fierro, por medio de la curva de calibración. Calcúlese el porcentaje de Fe, por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Fe} = \frac{A}{B \times 10}$$

En donde:

A = mg de fierro encontrado en la muestra ó alícuota tomada.

B = g de muestra ó g en la alícuota tomada.

3.2.2.4 Determinación de zinc

3.2.2.4.1 Reactivos

Solución valorada de zinc (1 ml = 0.01 mg de Zn).

Solución de Ferrocianuro de potasio (6.8 g de $K_4[Fe(Cn)_6] \cdot 3H_2O$ por litro).

Solución de lavado de ácido sulfúrico. Satúrese ácido sulfúrico al 2 % con H_2S .

Agua de bromo saturado.

Solución de ácido cítrico (20 g por litro).

Mezcla de ácido fórmico.- Dilúyase 200 ml de ácido fórmico en 970 ml de agua y 30 ml de $NH_4 OH$.

Mezcla de ácido fórmico para lavados. Dilúyase 25 ml de la mezcla de ácido fórmico a un litro con agua y satúrelo con H_2S .

Hidróxido de amonio.

Suspensión de talco.- 50 g de talco por litro.

Acido sulfúrico al 50 %.

Acido clorhídrico al 10 %.

Acido nítrico concentrado.

3.2.2.4.2 Aparatos

Tubos de Nessler.

Vasos de precipitado de 600 ml.

Embudo de vidrio.

Embudo Büchner.

Matraz volumétrico de 100 ml.

Papel filtro.

Balanza analítica.

Dispositivo para generar H₂S.

3.2.2.4.3 Procedimiento

3.2.2.4.3.1 Preparación de los tipos turbidimétricos

En 10 tubos de Nessler, póngase porciones de la solución de Zn valorada, correspondiente a 0.01, 0.02, 0.03, 0.04, 0.05, 0.06, 0.07, 0.08, 0.09, 0.1 mg de Zn.- Agréguese 15 ml de HCl al 10% y dilúyase a 45 ml con agua. Agréguese 5 ml de la solución de K₄[Fe (Cn) ₆] y mézclese. La solución de Ferrocianuro de potasio se deberá agregar a los tipos y al problema, al mismo tiempo. Se obtiene una coloración azul.

3.2.2.4.3.2 Preparación de la muestra

Póngase en un vaso de precipitado de 600 ml 50 g de muestra, agréguese 200 ml de agua y 50 ml de HNO₃. Caliéntese para disolver la muestra y hiérvase hasta expeler vapores café. Quítese de la plancha caliente y agréguese agitando, 35 ml de H₂SO₄ al 50 %.

Filtrese a través de papel filtro en una embudo Büchner y lávese vaso y precipitado con agua. Tírese el precipitado.

Pásese el filtrado a un vaso de 600 ml y evapórese hasta aparición de humos blancos. Evapórese hasta tener volumen de 2 ml, enfríese, agréguese 100 ml de agua y hiérvase unos minutos. Enfríese, pásese corriente de H₂S 'por unos 15 minutos y déjese que los sulfuros precipitados se asienten. Filtrese a través de un papel filtro y lávese con solución de H₂S. Tírese el precipitado. Hiérvase el filtrado para expeler el H₂S, agréguese unas gotas de agua de bromo, para oxidar el Fe y hiérvase para expeler exceso de bromo, Neutralícese la solución al tornasol con NH₄OH y agréguese 2 ml de exceso. Agréguese ácido cítrico para hacer la solución ligeramente ácida y agréguese 23 ml de la mezcla de ácido fórmico. Dilúyase a 200 ml y agréguese 1 ml del talco en suspensión. Caliéntese a 90-100°C y pásese una corriente de H₂S por 30 minutos, mientras se enfría la solución. Déjese reposar 1 hora filtrese en papel filtro y lávese el precipitado con agua de lavados de ácido fórmico.

Dilúyase el Zn S en el filtro con 30 ml de HCl al 10 % recójase al filtrado en un matraz volumétrico de 100 ml lávese el papel con agua, recogiendo los lavados en el matraz. Enfríese la solución a 20°C, dilúyase a la marca y mézclese.

Pásese una alícuota que no contenga más de 0.1 mg de Zn a un tupo Nessler de 50 ml. Agréguese 15 ml de HCl al 10 %. Dilúyase a 45 ml con agua y agréguese 5 ml de solución Ferrocianuro de potasio, mézclase, déjese reposar 10 minutos y compárese con los tipos.

3.2.2.4.4 Cálculos

Obtégase el porcentaje de zinc de la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Zn} = \frac{A}{C \times 10}$$

En donde:

A = mg de zinc encontrados en la alícuota usada.

C = g de muestra representados en la alícuota usada.

3.2.2.5 Plomo

La determinación de plomo se obtiene por diferencia con las impurezas, después de haber determinado el % de cada una de ellas.

3.2.2.6 Resistencia a la acción de los ácidos

3.2.2.6.1 Preparación de la muestra

Se limpia perfectamente un extremo del tubo y se le dirige la flama de un soplete o mechero de gas, para fundir el plomo, recogiendo las gotas en un recipiente adecuado. Se pesa la muestra con una exactitud de ± 0.1 mg. (fig.4).

3.2.2.6.2 Procedimiento

Pésese una muestra de aproximadamente 2 g sumérjasele en una solución normal de ácido clorhídrico, acético o sulfúrico, que esté a una temperatura de 21 a 132°C, por un período de 48 horas, pasando el cual, sáquese la muestra cuidadosamente de la solución y lávese con agua caliente, cuidando que los lavados caigan en la solución de prueba. Filtrese esta solución y añádasele 5 ml de H₂SO₄ (D = 1.84), evapórese, evitando las salpicaduras, hasta reducirla a unos 5 ml y transfíerese a un crisol de porcelana tarado. Evapórese a sequedad y calcínese el residuo hasta peso constante.

3.2.2.6.3 Cálculos

El porcentaje de la materia soluble en ácido, se calculará como sigue:

$$S = \frac{R \times 100}{M}$$

En donde:

S = Porcentaje de materia soluble en ácido.

R = Peso en g del residuo en el crisol.

M = Peso en g de la muestra.

INDICE

- 1.- DEFINICION Y GENERALIDADES
 - 1.1.- Definición
 - 1.2.- Generalidades
 - 1.2.1.- Usos
- 2.- CLASIFICACION Y ESPECIFICACIONES
 - 2.1.- Clasificación
 - 2.2.- Especificaciones
 - 2.2.1.- Físicas
 - 2.2.1.1.- Dimensiones y tolerancias
 - 2.2.1.2.- Peso
 - 2.2.1.3.- Presión hidráulica de ruptura
 - 2.2.1.4.- Presión hidráulica de trabajo
 - 2.2.2.- Químicas
 - 2.2.2.2.- Resistencia a la acción de los ácidos
 - 2.2.3.- Acabado
 - 2.2.4.- Marcado
 - 2.2.5.- Empaque
- 3.- METODOS DE PRUEBA
 - 3.1.- Muestreo
 - 3.1.1.- Para la inspección sistemática del cumplimiento de la Norma
 - 3.1.2.- Para reclamaciones y expedición de certificados de garantía
 - 3.1.2.1.1.- Lote de entrega
 - 3.1.2.1.2.- Lote de prueba
 - 3.1.2.1.3.- Lote de muestras

- 3.1.2.1.4.- Aceptaciones o rechazos
- 3.2.- Determinaciones
 - 3.2.1.- Físicas
 - 3.2.1.1.- Prueba hidrostática
 - 3.2.1.1.1.- Aparatos
 - 3.2.1.1.2.- Procedimiento
 - 3.2.1.2.- Peso
 - 3.2.1.3.- Dimensiones
 - 3.2.2.- Químicas
 - 3.2.2.1.- Determinación de bismuto, plata y cobre por el método de electrólisis interna
 - 3.2.2.1.1.- Preparación de la solución problema
 - 3.2.2.1.1.1.- Aparatos
 - 3.2.2.1.1.2.- Reactivos
 - 3.2.2.1.1.3.- Procedimiento
 - 3.2.2.1.2.- Bismuto por el método de tiourea
 - 3.2.2.1.2.1.- Reactivos
 - 3.2.2.1.2.3.- Procedimiento
 - 3.2.2.1.2.4.- Cálculos
 - 3.2.2.1.3.- Determinación de la plata por el método turbidimétrico
 - 3.2.2.1.3.1.- Reactivos
 - 3.2.2.1.3.2.- Aparatos
 - 3.2.2.1.3.3.- Procedimiento
 - 3.2.2.1.3.4.- Cálculos
 - 3.2.2.1.4.- Determinación de cobre por el método del yoduro
 - 3.2.2.1.4.1.- Reactivos

- 3.2.2.1.4.2.- Aparatos
- 3.2.2.1.4.3.- Procedimiento
- 3.2.2.1.4.4.- Cálculos
- 3.2.2.2.- Determinación de arsénico, antimonio y estaño por el método de co-precipitación con manganeso
- 3.2.2.2.1.- Reactivos
- 3.2.2.2.2.- Aparatos
- 3.2.2.2.3.- Preparación de la solución problema
- 3.2.2.2.4.- Determinación de arsénico
 - 3.2.2.2.4.1.- Procedimiento
 - 3.2.2.2.4.2.- Cálculos
- 3.2.2.2.5.- Determinación de antimonio
 - 3.2.2.2.5.1.- Procedimiento
 - 3.2.2.2.5.2.- Cálculos
- 3.2.2.2.6.- Determinación de estaño
 - 3.2.2.2.6.1.- Procedimiento
 - 3.2.2.2.6.2.- Cálculos
- 3.2.2.3.- Determinación de fierro por el método de la Orto-fenantrolina
 - 3.2.2.3.1.- Reactivos
 - 3.2.2.3.2.- Aparatos
 - 3.2.2.3.3.- Procedimiento
 - 3.2.2.3.4.- Cálculos
- 3.2.2.4.- Determinación de zinc
 - 3.2.2.4.1.- Reactivos
 - 3.2.2.4.2.- Aparatos
 - 3.2.2.4.3.- Procedimiento

- 3.2.2.4.4.- Cálculos
- 3.2.2.5.- Plomo
- 3.2.2.6.- Resistencia a la acción de los ácidos
 - 3.2.2.6.1.- Preparación de la muestra
 - 3.2.2.6.2.- Procedimiento
 - 3.2.2.6.3.- Cálculos

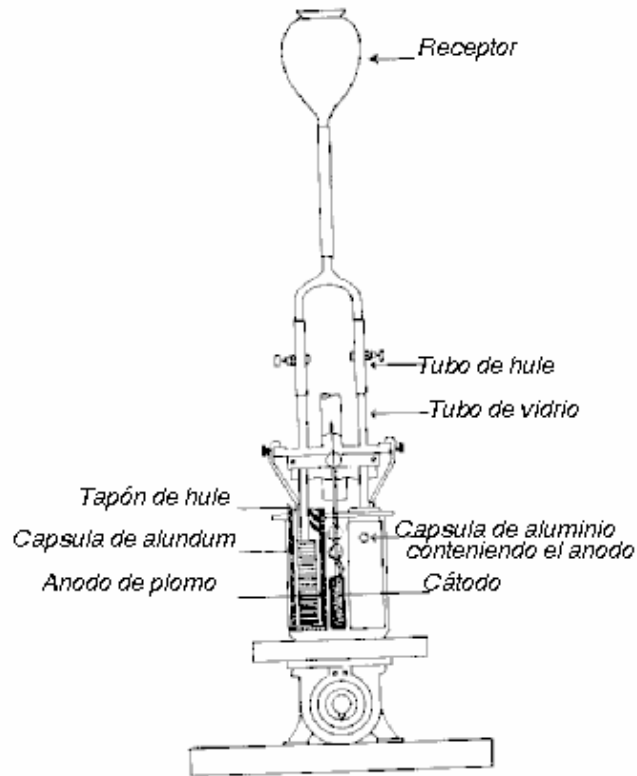


FIGURA 1

APARATO DE CELDA PARA ELECTROLISIS INTERNA PARA LA DETERMINACION DE BISMUTO PLATA Y COBRE.

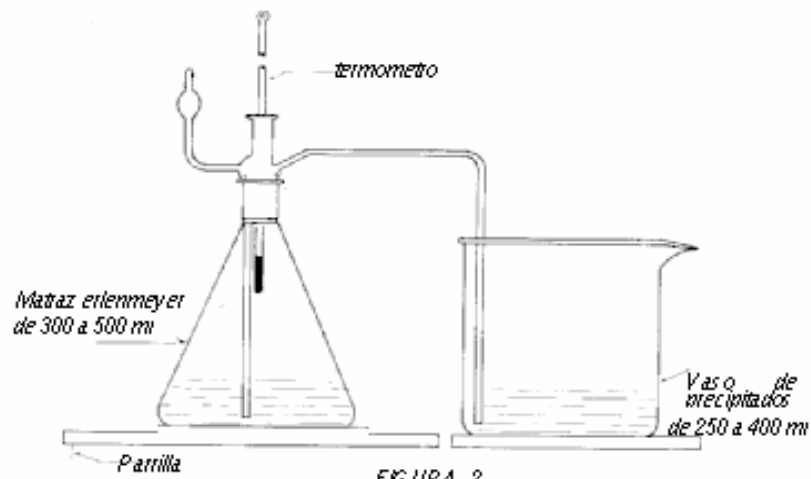


FIGURA 2

APARATO PARA DESTILACION DE LA MUESTRA EN LA DETERMINACION DE ARSENICO

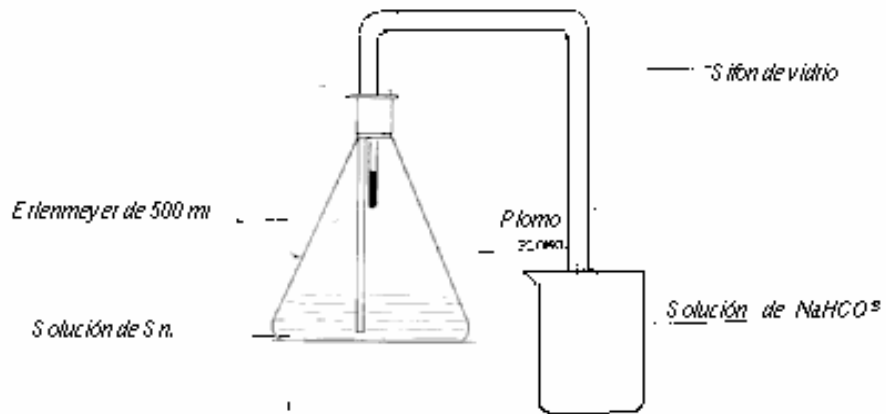


FIGURA 3 APARATO PARA LA REDUCCION DE ESTAÑO

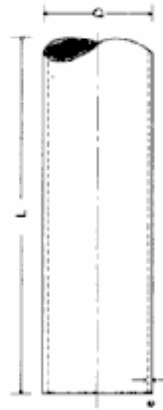


FIGURA 4

Fecha de aprobación: Junio 20, 1961

Fecha de publicación: Mayo 17, 1962