



**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE PLOMO - METODO GRAVIMÉTRICO
(CANCELA A LA NMX-W-074-1982)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS
DETERMINATION OF LEAD - GRAVIMETRIC METHOD**

1 OBJETIVO

Esta norma mexicana establece el método gravimétrico para la determinación del contenido de plomo en el aluminio y sus aleaciones.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es aplicable a determinaciones del contenido de plomo comprendidas entre 0,03 % y 1 %.

3 PRINCIPIO

Se disuelve la muestra con ácido clorhídrico y peróxido de hidrógeno, se precipita sulfuro de plomo en presencia de ácido tartárico, y ácido fórmico, se calcina el precipitado, se disuelve y se electroliza la solución obtenida.

4 REACTIVOS

Durante el análisis, se debe usar solo reactivos de grado analítico reconocido y sólo agua destilada o desionizada.

- Solución de hidróxido de amonio al 30 %;
- Solución de ácido tartárico al 25 %;
- Solución de ácido fórmico 1:4;
- Solución diluida de ácido fórmico para lavado de precipitados;

Se mide 25 cm³ de solución de ácido fórmico 1:4, se colocan en un matraz volumétrico de 1 000 cm³ y se completa el volumen con agua. Se satura la solución haciéndole pasar una corriente de sulfuro de hidrógeno gaseoso.

- Alcohol para lavar los electrodos;
- Solución de ácido clorhídrico 1:1;
- Solución de peróxido de hidrógeno al 6 %;
- Sulfuro de hidrógeno gaseoso;
- Solución de ácido nítrico 1:1;
- Solución de ácido nítrico 1:100;
- Ácido nítrico concentrado;
- Solución de rojo de metilo al 1 %, y
- Papel filtro de porosidad media, de porosidad fina y compacto (véase nota 1).

NOTA 1: Se recomienda usar papel filtro Núm. 40.

5 APARATOS

- Instrumental común de laboratorio;
- Celda electrolítica con electrodos de platino, capaz de operar a 0,4 A y 2,3 V;
- Estufa con regulador de temperatura, capaz de mantener una temperatura de 873 K (600°C);
- Generador de sulfuro de hidrógeno, y
- Crisol de porcelana.

6 PREPARACIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

6.1 Muestra de ensayo

La muestra de ensayo debe consistir en virutas de espesor no mayor de 1 mm obtenidas por taladrado, laminado o serrado.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Determinación

7.1.1 Se pesan 2,000 g de la muestra por analizar y se colocan en un vaso de precipitados de 400 cm³, se añaden cuidadosamente 40 cm³ de solución de ácido clorhídrico 1:1 y se agita, haciendo rotar suavemente el vaso de precipitados, hasta completar la disolución.

Cerca del final de la reacción se agregan 5 gotas de ácido clorhídrico concentrado y 5 cm³ de solución de peróxido de hidrógeno al 6 %, y se calienta a ebullición para completar la disolución y para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno.

7.1.2 Se añaden 10 cm³ de solución de ácido clorhídrico 1:1 se diluye a 50 cm³ con agua caliente y se calienta a ebullición hasta disolución de las sales solubles. Se agrega pulpa de papel para filtrar, se filtra la solución a través del papel filtro de porosidad media (véase nota 1), y se lava con pequeñas cantidades de agua caliente.

7.1.3 Se agregan al filtrado 50 cm³ de solución de ácido tartárico al 25 % se diluye a 200 cm³ con agua caliente y se neutraliza usando indicador de rojo de metilo con solución de hidróxido de amonio al 30 %. Se agregan 25 cm³ de solución de ácido fórmico 1:4, se calienta a ebullición y se le hace pasar una corriente de sulfuro de hidrógeno gaseoso durante 15 min. Se filtra la solución a través de papel filtro de porosidad fina conteniendo pulpa de papel y se lava con pequeñas porciones de solución de ácido fórmico para lavado de precipitados.

7.1.4 El papel filtro y su contenido se transfiere a un crisol de porcelana, se calcinan a una temperatura de 873 K ± 25 K (600°C ± 25°C), y el residuo calcinado se transfiere al vaso de precipitados donde se disolvió la muestra y se lava el crisol con una pequeña cantidad de ácido nítrico concentrado a un volumen de 5 cm³. Se agregan 10 cm³ de solución de ácido nítrico 1:1 y se evapora casi a sequedad. Se añaden 20 cm³ de agua, se filtra la solución a través de papel filtro (véase nota 1) y se lava con pequeñas porciones de solución de ácido nítrico 1:100.

NOTA 2: Si la muestra contiene bismuto, la solución en 7.1.4 se trata de la manera siguiente: se le agrega solución de hidróxido de amonio al 30 % en cantidad suficiente, hasta que la solución se torne turbia. Se agrega 1 cm³ de ácido clorhídrico 1:1, se diluye a 100 cm³ con agua caliente y se calienta a ebullición, incrementando poco a poco el volumen de la solución con agua caliente hasta 300 cm³: se continúa, calentando por espacio de 30 min, se filtra la solución a través de papel filtro compacto y se lava con agua caliente.

- 7.1.5 Se le agregan al filtrado 5 cm³ de solución de ácido tartárico al 25 %, se neutraliza con solución de hidróxido de amonio al 30 %, usando como indicador de solución de rojo de metilo y se agrega 5 cm³ de solución de ácido fórmico 1:4, se le hace pasar una corriente de sulfuro de hidrógeno gaseoso durante 15 min, se filtra la solución a través de papel filtro de porosidad media conteniendo pulpa de papel y se lava con pequeñas porciones de solución de ácido fórmico para lavado de precipitados.
- 7.1.6 El papel filtro, y su contenido se coloca en un crisol de porcelana y se calcina a una temperatura de 873 K ± 80 K (600°C ± 80°C).
- 7.1.7 El residuo calcinado se calienta con unas gotas de ácido nítrico concentrado y se transfiere de vaso de precipitados donde se efectuó la disolución inicial de la muestra, se agregan 10 cm³ de solución de ácido nítrico 1:1 y se evapora hasta un volumen de aproximadamente 5 cm³.
- 7.1.8 Se ajusta la solución a un volumen de 150 cm³, se transfiere a una celda electrolítica de 200 cm³ y se calienta a una temperatura de 363 K ± 5 K (90°C ± 5°C). Los electrodos de platino se someten a la acción de una flama y se dejan enfriar, se pesan y se conectan a la celda electrolítica.
- 7.1.9 Se suministra corriente a la celda electrolítica, aproximadamente 0,4 A, y después que se haya depositado la mayoría del plomo presente en la solución, se debe incrementar gradualmente al paso de corriente y se finaliza la electrólisis a una tensión mayor o igual a 2,3 V. La solución se somete a electrólisis hasta que se torne incolora y cuando en este punto 1 cm³ de la misma no produzca una reacción coloreada al tratarla con solución de ácido sulfhídrico.
- 7.1.10 Se secan los electrodos de la solución sin suspender el suministro de energía eléctrica e inmediatamente se lavan varias veces con agua. Se desconecta el ánodo, se lava dos veces consecutivas con pequeñas porciones de alcohol y se seca en una estufa a una temperatura de 398 K ± 5 K (125°C ± 5°C), durante 15 min, y se deja enfriar y el sólido depositado se pesa como óxido de plomo.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

El contenido de plomo es expresado en porcentaje se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Pb} = \frac{86,62 \times m_1}{m}$$

donde:

m_1 es la masa de óxido de plomo depositado en el ánodo, en gramos, y
 m es la masa de la muestra empleada, en gramos.

9 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba debe incluir la siguiente información.

- Referencia al método usado;
- Los resultados y el método de expresión usados;
- Cualquier anomalía notada durante la determinación, y
- Cualquier operación no incluida en este método o de carácter opcional.

10 BIBLOGRAFÍA

- | | |
|-------------------|--|
| NOM-008-SCFI-2002 | Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002. |
| NMX-W-074-1982 | Aluminio y sus aleaciones – Análisis químico - Determinación de plomo - Método gravimétrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 19 de agosto de 1982. |

NMX-Z-013-1977

Guía para la estructuración, presentación y redacción de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente con ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México D. F., a

MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.

NMX-W-074-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES - ANÁLISIS QUÍMICO PARA LA
DETERMINACIÓN DE PLOMO - MÉTODO GRAVIMÉTRICO
(CANCELA A LA NMX-W-074-1982)|**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - CHEMYCAL ANALYSIS
DETERMINATION OF LEAD - GRAVIMETRIC METHOD**

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALCOMEX, S.A.
- ALMEXA ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO Y DERIVADOS DE VERACRUZ, S.A. DE C.V.
- ALUMEX, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO EXTRUIDO EXTRAL, S.A. DE C.V.
- ALUQUÍMICOS, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, A.C. (ANCE)
- ANODIZADO INDUSTRIAL Y ARTÍSTICO, S.A. DE C.V.
- CINVESTAV DE QUERÉTARO
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
- CUPRUM, S.A. DE C.V.
- INDALUM, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO MEXICANO DEL ALUMINIO, A.C.
- INDUSTRIA MEXICANA DEL ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL SANTA CLARA, S.A. DE C.V.