



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NORMA MEXICANA

NMX-W-174-SCFI-2016

ALUMINIO Y SUS ALEACIONES – FUNDICIÓN- ANÁLISIS QUÍMICO PARA LA DETERMINACIÓN DE PLOMO – MÉTODO GRAVIMÉTRICO

ALUMINUM AND ITS ALLOYS – SMELTING - CHEMICAL
ANALYSIS FOR THE DETERMINATION OF LEAD -
GRAVIMETRIC METHOD



PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma Mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALLTUB MÉXICO S.A. DE C.V.
- ALMEXA ALUMINIO S.A. DE C.V.
- ALUMINICASTE FUNDICIÓN DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- ANODIZADOS ESPECIALIZADOS S.A DE C.V.
- CINVESTAV - IPN UNIDAD QUERÉTARO
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES (CTNNA)
- CUPRUM S.A. DE C.V.
- ELECTROACABADOS DE MÉXICO S.A. DE C.V.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-W-174-SCFI-2016

- GRUPO VASCONIA S.A.B.

- INSTITUTO DEL ALUMINIO A. C.

- MARUBENI MÉXICO S.A. DE C.V.

- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

ÍNDICE DE CONTENIDO

Número y nombre del capítulo		Página
1	Objetivo	1
2	Campo de aplicación	1
3	Principio	1
4	Reactivos y soluciones	2
5	Aparatos y equipo	2
6	Preparación de la muestra	3
6.1	Muestra de ensayo	3
7	Procedimiento	3
7.1	Determinación	3
8	Expresión de los resultados	5
9	Informe de la prueba	5
10	Concordancia con Normas Internacionales	6
11	Bibliografía	6



NORMA MEXICANA

NMX-W-174-SCFI-2016

ALUMINIO Y SUS ALEACIONES – FUNDICIÓN- ANÁLISIS QUÍMICO PARA LA DETERMINACIÓN DE PLOMO – MÉTODO GRAVIMÉTRICO

ALUMINUM AND ITS ALLOYS – SMELTING - CHEMICAL ANALYSIS FOR THE DETERMINATION OF LEAD - GRAVIMETRIC METHOD

1 OBJETIVO

Esta Norma Mexicana establece un método gravimétrico para la determinación 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.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-W-174-SCFI-2016
2/6

4 REACTIVOS Y SOLUCIONES

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

4.2 Solución de hidróxido de amonio al 30 %.

4.3 Solución de ácido tartárico al 25 %.

4.4 Solución de ácido fórmico 1:4.

4.5 Solución diluida de ácido fórmico para lavado de precipitados

Se miden 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.

4.6 Alcohol para lavar electrodos.

4.7 Solución de ácido clorhídrico 1:1.

4.8 Solución de peróxido de hidrógeno al 6 %.

4.9 Sulfuro de hidrógeno gaseoso.

4.10 Solución de ácido nítrico 1:1.

4.11 Solución de ácido nítrico 1:100.

4.12 Ácido nítrico concentrado.

4.13 Solución de rojo de metilo al 1 %.

4.14 Papel filtro de porosidad media, de porosidad fina y compacta (ver Nota 1)

Nota 1.- Se recomienda un papel filtro Núm. 40.

5 APARATOS Y EQUIPO

Instrumental común de laboratorio, además de lo siguiente:

- a) celda electrolítica con electrodos de platino, capaz de operar a 0,4 A y 2,3 V;
- b) estufa con regulador de temperatura, capaz de mantener una temperatura de 873 K (600 °C);
- c) generador de sulfuro de hidrógeno, y
- d) crisol de porcelana.

6 PREPARACIÓN 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 fresado o cepillado.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Determinación

7.1.1 Se pesan 2,000 g (dos gramos con la mayor exactitud posible) 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.

7.1.2 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.

7.1.3 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 la disolución de las sales solubles. Se agrega pulpa de papel para filtrar, se filtra la solución a través del papel filtro de porosidad media (ver Nota 1), y se lava con pequeñas cantidades de agua caliente.

7.1.4 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



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

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 del papel filtro de porosidad fina conteniendo pulpa de papel y se lava con pequeñas porciones de solución de ácido fórmico para lavado de precipitados.

7.1.5 El papel filtro y su contenido se transfiere a un crisol de porcelana, se calcinan a una temperatura de $873\text{ K} \pm 25\text{ K}$ ($600\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$), 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 cm^3 . Se agregan 10 cm^3 de solución de ácido nítrico 1:1 y se evapora casi a sequedad. Se añaden 20 cm^3 de agua, se filtra la solución a través de papel filtro (ver Nota 1) y se lava con pequeñas porciones de solución de ácido nítrico 1:100.

7.1.5.1 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 cm^3 de ácido clorhídrico 1:1, se diluye a 100 cm^3 con agua caliente y se calienta a ebullición, incrementando poco a poco el volumen de la solución con agua caliente hasta 300 cm^3 . Se continúa calentando por espacio de 30 min, se filtra la solución a través de papel filtro compacto y se lava con agua caliente.

7.1.6 Se le agregan al filtrado 5 cm^3 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 cm^3 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.

7.1.7 El papel filtro, y su contenido se coloca en un crisol de porcelana y se calcina a una temperatura de $873\text{ K} \pm 80\text{ K}$ ($600\text{ °C} \pm 80\text{ °C}$).

7.1.8 El residuo calcinado se calienta con unas gotas de ácido nítrico concentrado y se transfiere al vaso de precipitados donde se efectuó la disolución inicial de la muestra, se agregan 10 cm^3 de solución de ácido nítrico 1:1 y se evapora hasta un volumen de aproximadamente 5 cm^3 .

7.1.9 Se ajusta la solución a un volumen de 150 cm^3 , se transfiere a una celda electrolítica de 200 cm^3 y se calienta a una temperatura de $363\text{ K} \pm 5\text{ K}$ (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.

7.1.10 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.

7.1.11 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 \pm 5 K (125 °C \pm 5 °C), durante 15 min, se deja enfriar y el sólido depositado se pesa como óxido de plomo (IV) (PbO₂).

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

El contenido de plomo es expresado en porcentaje y se calcula de acuerdo a la siguiente ecuación (1):

$$Pb \% = \frac{86,62 \times m_1}{m} \quad (1)$$

donde:

86.62 es la relación entre la masa del plomo presente y la masa del óxido.

m_1 es la masa de óxido de plomo depositado en el ánodo, en gramos,

m es la masa de la muestra empleada, en gramos.

9 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba deberá contener al menos la siguiente información:

- referencia a esta Norma Mexicana;
- los resultados y el método de expresión utilizado;
- cualquier anomalía notada durante la determinación;



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- d) cualquier desviación del procedimiento especificado, operaciones no incluidas u opcionales;
- e) fecha de la prueba.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no coincide¹⁾ con ninguna Norma Internacional, por no existir esta última al momento de su elaboración.

11 BIBLIOGRAFÍA

- Norma Oficial Mexicana 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-Z-013-SCFI-2015 *Guía para la estructuración y redacción de normas*; publicada en el Diario Oficial de la Federación el 18 de noviembre de 2015.

¹⁾ Esta norma no es equivalente (*NEQ*) con alguna Norma Internacional.