

11-28-94 NORMA Oficial Mexicana NOM-008-SSA1-1993, Salud ambiental. Pinturas y barnices. Preparación de extracciones ácidas de pinturas líquidas o en polvo para la determinación de plomo soluble y otros métodos.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Salud.

FILIBERTO PEREZ DUARTE, Director General de Salud Ambiental, por acuerdo del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 38 fracción II, 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8o. fracción IV y 25 fracción V del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud, y

CONSIDERANDO

Que con fecha 29 de septiembre de 1993, en cumplimiento de lo previsto en el artículo 46 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Dirección General de Salud Ambiental presentó al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, el anteproyecto de la presente Norma Oficial Mexicana.

Que con fecha 12 de noviembre de 1993, en cumplimiento del acuerdo del Comité y de lo previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó en el **Diario Oficial de la Federación** el proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana, a efecto que dentro de los siguientes noventa días naturales posteriores a dicha publicación, los interesados presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario.

Que en fecha previa, fueron publicadas en el **Diario Oficial de la Federación** las respuestas a los comentarios recibidos por el mencionado Comité, en términos del artículo 47 fracción III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Que en atención a las anteriores consideraciones, contando con la aprobación del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, se expide la siguiente:

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-008-SSA1-1993. "SALUD AMBIENTAL. PINTURAS Y BARNICES. PREPARACION DE EXTRACCIONES ACIDAS DE PINTURAS LIQUIDAS O EN POLVO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO SOLUBLE Y OTROS METODOS".

1 Objetivo y campo de aplicación

Esta Norma Oficial Mexicana establece los métodos para la preparación de extracciones ácidas requeridas, así como las soluciones de prueba para la determinación del contenido de plomo "soluble" en pinturas y productos relacionados en forma líquida o polvo.

Las extracciones ácidas son preparadas con el ácido clorhídrico a una concentración de 0.07 mol/l, la cual se eligió como una aproximación de las condiciones presentes en el estómago.

Esta Norma no es aplicable para capas de pinturas secas o pulverizadas. (Ver NOM-006-SSA1-1993. "Salud ambiental. Pinturas y barnices, preparación de extracciones ácidas de las capas de pintura seca para la determinación de plomo soluble. Método de prueba").

ADVERTENCIA: Los procedimientos descritos en esta Norma son complicados, y por eso, deberán ser llevados a cabo por personal rigurosamente experto en los procedimientos analíticos. La precisión adecuada sólo será obtenida si todos los detalles de los procedimientos de separación y extracción son estrictamente observados.

2 Referencias

Esta Norma Oficial Mexicana se complementa con las normas:

Norma Oficial Mexicana. NOM-015/1-SCFI/SSA-1994. "Seguridad e información comercial en juguetes. Seguridad de juguetes y artículos escolares. Límites de biodisponibilidad de metales en artículos recubiertos con pinturas y tintas. Especificaciones químicas y métodos de prueba".

Norma Oficial Mexicana. NOM-U-40. "Pinturas, recubrimientos y productos afines. Muestreo".

Norma Oficial Mexicana. NOM-SS-3. "Higiene industrial. Medio ambiente laboral. Determinación de plomo y compuestos y compuestos inorgánicos de plomo. Método de absorción atómica".

Norma Oficial Mexicana NOM-Z-12/2-1987. "Muestreo para la inspección por atributos-Parte 2: Métodos de muestreo, tablas y gráficas".

3 Definiciones

Para el propósito de esta Norma se aplican las siguientes definiciones:

3.1 Pigmento: Toda materia particulada insoluble en el solvente extractor seleccionado de acuerdo al punto 6.2.

3.2 Contenido de plomo "soluble" en la pintura líquida: El contenido de plomo "soluble" en el pigmento, el cual es soluble en un ácido diluido definido al metal total contenido en la porción líquida de pintura.

NOTA: Acido diluido para propósito de esta Norma es ácido clorhídrico de 0.07 M.

3.3 Contenido de plomo "soluble" en la pintura en polvo: El contenido de plomo de la pintura que es soluble en un ácido diluido definido (Ver nota del punto 3.2).

4 Muestreo

Tome una muestra representativa del producto a probar como se describe en ISO-1512.

5 Método de prueba

a) Principio

Este principio se aplica para todos los métodos de prueba.

5.1 Dilución de una muestra del producto líquido para prueba con un solvente apropiado, seguido por separación centrífuga del pigmento, en la muestra. Se especifican 3 métodos para la separación del pigmento dependientes del aglutinante del producto a examinarse (Ver 6.4).

5.2 Extracción con ácido clorhídrico 0.07 M del pigmento separado a una relación masa: volumen entre el pigmento y el ácido clorhídrico de 1:15, excepto para determinación del plomo "soluble", cuando el total de plomo contenido en la pintura (Ver 8.3.1.5) sea igual o exceda al 1% (m/m). En ese caso la extracción del pigmento separado se realizará con una relación masa: volumen entre el pigmento que contiene plomo en la muestra y el ácido clorhídrico de 1:1000, como se describe en 8.3.

NOTA: Para el propósito de esta Norma se asume que el contenido de plomo del pigmento que contiene plomo es 60% (m/m). Esto corresponde al contenido encontrado en la mayoría de los cromatos de plomo (Ver 8.3.2.1).

5.3 Evaporación a sequedad de la porción líquida del producto obtenido por la centrifugación (5.1). Preparación del residuo para análisis por calcinación seca y extracción de la ceniza con ácido nítrico.

5.4 Para pinturas en polvo, extracción del producto a probar como en 5.2, sin separación previa del aglutinante (Ver punto 7).

6 Separación del pigmento de la muestra de pintura líquida

6.1 Preparación de la muestra de prueba

Prepare la muestra de prueba como se describe en ISO-1512. Si está presente alguna nata, quítela lo mejor posible, agite vigorosamente la muestra y, si es necesario, pásela a través de un tamiz de apertura nominal de 150 µm para remover cualquier nata remanente u otro material extraño.

6.2 Reactivos

ADVERTENCIA: Se deben tomar precauciones al seleccionar el solvente que se va a usar, ya que éste puede ser tóxico o representar otros peligros.

Seleccione un solvente que efectúe la separación óptima del pigmento. El solvente deberá ser registrado y posteriormente reportado.

Ejemplos de solventes o mezclas de solventes adecuados se mencionan enseguida:

a) Para pinturas adelgazadas con solvente, tintas de impresión y productos similares (método A):

- Tolueno/etanol (4+1) (para pinturas secadas con aire)
 - Xileno/2-butanol (9+1) (para pinturas que requieran ser horneadas)
 - Tolueno (para pinturas con base de hule clorado)
 - Butanona [metil-etil-cetona] (para productos que contienen nitrato de celulosa)
- b)** Para pinturas emulsionadas basadas en dispersiones acuosas de polímeros (método B):
- Acetona
 - 1,1,1-tricloroetano
 - Tetrahidrofurano
- c)** Para plastisoles y organosoles basados en cloruro de polivinilo (PVC) y sus copolímeros, y para pinturas basadas en otras dispersiones no-acuosas de polímeros (método C):
- Tetrahidrofurano
 - Ciclohexanona
 - Ciclopentanona

6.3 Aparatos

Aparatos y material de vidrio comunes de laboratorio, y en particular:

6.3.1 Centrífuga apropiada, con tubos de material inerte con capacidad de 50 o 100 ml. Es preferible usar una centrífuga capaz de impartir una aceleración centrífuga relativa de 100 km/s.

6.3.2 Horno con ventilación de aire, capaz de mantener una temperatura de 105 ± 2 C.

6.3.3 Recipiente con tapón de vidrio, de un mínimo de 2 litros de capacidad.

6.4 Procedimiento

6.4.1 Método A (para pinturas que se adelgazan con solventes, tintas de impresión y productos similares).

Tarar los tubos de centrífuga (Ver el punto 6.3.1). Agregar de 20 a 30 g de la muestra preparada (Ver el punto 6.1) a cada tubo, procurando evitar contaminación de las paredes y labio del tubo. Pesar inmediatamente los tubos y contenido hasta centésimas de gramo. Adicionar el solvente seleccionado (Ver el punto 6.2), aproximadamente hasta la mitad del tubo y agitar vigorosamente con una varilla de vidrio. Lavar muy bien cada varilla de vidrio con el solvente, agregando todos los lavados al tubo adecuado. Balancee los tubos con el solvente. Centrifugar hasta que exista una separación completa formada por un sobrenadante y una pasta de pigmento. Decantar el sobrenadante de todos los tubos que comprendan un "juego" (Ver nota 1) en el recipiente (Ver el punto 6.3.3).

Agregar más solvente a cada tubo y agitar vigorosamente como ya se mencionó, procurando dispersar completamente la pasta del pigmento. Repetir la centrifugación y transferir el sobrenadante al mismo recipiente. Repetir la adición del solvente, centrifugación y transferencia del sobrenadante tres veces más, procurando en cada ocasión dispersar completamente la pasta del pigmento. Como tratamiento final de la pasta del pigmento y para ayudar a un rápido secado, usar acetona en lugar del solvente seleccionado. La acetona se agrega y se mezcla dispersando la pasta del pigmento. Guarde el recipiente con los extractos combinados para el procedimiento descrito en el punto 9.

Después de asegurarse que el exceso de acetona se ha evaporado, colocar los tubos de centrífuga en el horno (6.3.2), manteniendo a $150 \pm 2^\circ\text{C}$ por tres horas. Remover, transferir a un desecador, dejar enfriar a temperatura ambiente y pesar cada tubo con su contenido hasta centésimas de gramo. Vuelva a colocar los tubos y su contenido en el horno por un periodo mínimo de una hora, enfriar a temperatura ambiente y volver a pesar. Repetir las operaciones de calentamiento, enfriamiento y pesado hasta que dos pesadas consecutivas no difieran por más de 10 mg. Calcular el contenido del pigmento en la pintura como porcentaje en masa de la muestra de pintura.

Al final del procedimiento de separación, verifique que la pasta del pigmento se pueda desmoronar fácilmente, lo que indica que el aglutinante ha sido extraído satisfactoriamente. Si la pasta permanece

cohesiva, repetir el procedimiento completo con la pintura original usando un solvente o mezcla de solventes más adecuados.

NOTAS:

1. Las extracciones ácidas subsecuentes deben llevarse a cabo por duplicado por lo que debe emplearse suficiente pintura y tubos de manera que se obtenga cuando menos 10 g del pigmento. El número de tubos (normalmente cuatro) requerido para cada muestra se denomina como un "juego".

2. La masa de pintura que se toma es dependiente de la capacidad de los tubos de centrífuga empleados y del contenido de pigmento esperado de la pintura.

6.4.2 Método B (para pinturas emulsionadas basadas en dispersiones acuosas de polímeros).

Realizar la separación como se describe en 6.4.1, pero use acetona para el primero y el último tratamiento y el solvente seleccionado para los cinco tratamientos intermedios de la pasta del pigmento.

6.4.3 Método C [para plastisoles y organosoles basados en cloruro de polivinilo (PVC) y sus copolímeros y para pinturas basadas en otras dispersiones no acuosas de polímeros].

Realizar la separación como se describe en 6.4.1, pero usando una masa de muestra de manera que pueda ser diluida con solvente en proporción de 10:1. Esta relación se requiere para obtener una velocidad de sedimentación apropiada. Agite vigorosamente por el tiempo suficiente para convertir el polímero del estado disperso al estado disuelto, usando un ligero calentamiento si es necesario.

6.5 Solución blanco de prueba

Preparar una mezcla de los solventes usando las mismas proporciones requeridas para la separación (6.4). Guardar la mezcla para usarse como el blanco en las determinaciones descritas en el punto 9.

7 Tratamiento de pinturas en polvo

En virtud de que no es necesario separar previamente el pigmento del aglutinante (Ver 5.4), extraiga la porción de prueba (Ver Capítulo 4) usando el procedimiento descrito en 8.2 u 8.3. Si el material no se puede dispersar en ácido clorhídrico, agregue un volumen conocido de un agente humidificante adecuado.

8 Extracción ácida del pigmento separado y de pinturas en polvo

NOTA: Se debe reducir la masa del pigmento que se tomará para la extracción, porque puede ocurrir el caso de un alto contenido de plomo "soluble". En este caso, el volumen del líquido de extracción debe cambiarse de manera que se mantenga la proporción especificada del pigmento al líquido de extracción.

8.1 Tratamiento del pigmento separado

Tome todo el pigmento secado de un juego de tubos obtenidos por el procedimiento descrito en 6.4. Romper cuidadosamente la masa del pigmento, situándolo entre dos hojas de papel vidriado y aplicando una acción mínima de presión o de rodamiento sin producir ningún efecto de trituración de manera que todo el pigmento pase a través de un tamiz de 500 μm (Ver nota). Asegurándose que todo el pigmento pasa y es colectado a través del tamiz.

Mezclar el pigmento tamizado, colocarlo todo en un frasco para pesar y transferirlo al horno (6.3.2), mantenido a $105 \pm 2^\circ\text{C}$, por 2 horas. Guardar la botella y contenidos en un desecador hasta que se necesite para el procedimiento de extracción (8.2 u 8.3).

NOTA: Una fuerza excesiva puede afectar la superficie de un pigmento, y por lo tanto, producir resultados variables. Si se obtiene una pobre reproducibilidad o si se requiere una fuerza excesiva para romper la masa del pigmento, debe reexaminarse el procedimiento para la extracción y dispersión de la masa del pigmento.

8.2 Método para la extracción de plomo "soluble" [incluyendo el caso de que el contenido total de plomo en la pintura es menor de 1% (m/m) (relación masa:volumen 1:15)].

8.2.1 Reactivos

Durante el análisis, use solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua al menos de grado 3 de pureza de acuerdo a ISO-3696.

8.2.1.1 Acido clorhídrico diluido, con una concentración de 0.07 mol/l.

8.2.1.2 Acido clorhídrico fuerte, 1+1. Diluir 1 parte por volumen de ácido clorhídrico (densidad = 1.18 g/ml) con una parte por volumen de agua.

8.2.1.3 Etanol, mínimo 95% (v/v).

8.2.2 Aparatos

Aparatos y material de vidrio comunes de laboratorio y, en particular:

8.2.2.1 Agitador mecánico apropiado (ver nota en 8.2.3).

8.2.2.2 pH-metro y electrodos.

8.2.2.3 Filtro de membrana, con un diámetro de poro de 0.15 μm , u otro filtro adecuado capaz de dar un filtrado claro en 8.2.3 y 8.3.2.4.

8.2.2.4 Aparato de filtración para el filtro de membrana (8.2.2.3)

8.2.2.5 Baño de agua, capaz de mantener una temperatura de 23 ± 2 °C.

8.2.3 Procedimiento

Realizar la extracción del pigmento preparado (8.1) o de la pintura en polvo (punto 7) por duplicado. Proteger la muestra de la luz solar directamente durante la extracción y antes del análisis.

Pesar 5.0 ± 0.01 g de la muestra en un vaso de precipitados limpio y seco. Humedecer la porción de prueba [excepto cuando se trata de una pintura en polvo (Ver punto 7)] con dos ml de etanol (8.2.1.3).

Con la mínima cantidad para humedecer la porción de prueba, adapte el agitador (8.2.2.1) y agregue 75 ml de ácido clorhídrico diluido (8.2.1.1) previamente ajustado a 23 ± 2 °C con el baño de agua (8.2.2.5).

Coloque el vaso de precipitados en el baño de agua y empiece a agitar la mezcla (Ver la nota). Sumerja los electrodos del pH-metro (8.2.2.2) dentro de la mezcla, y si es necesario ajuste el pH al del ácido clorhídrico diluido (8.2.1.1) usando el ácido clorhídrico fuerte (8.2.1.2).

Continúe agitando por 15 ± 1 min, verificando que la temperatura se mantenga a 23 ± 2 °C durante el periodo de prueba. Mantenga el pH de la muestra mediante adición cuidadosa del ácido clorhídrico fuerte (8.2.1.2). Una vez finalizado el periodo de agitación, dejar la muestra otros 15 ± 1 min a 23 ± 2 °C. Entonces decantar la muestra a través del filtro de membrana (8.2.2.3), usando el aparato de filtración (8.2.2.4) y colectar el filtrado obtenido durante los primeros 10 min (el cual debe ser una solución clara) en un recipiente adecuado de vidrio. Cerrar inmediatamente el recipiente. Guarde el extracto filtrado para la determinación de plomo soluble.

Realizar la determinación, del contenido de plomo . . . "soluble" en el filtrado, de acuerdo a . . . (Ver las partes apropiadas de la norma ISO-3856) tan pronto como sea posible y durante las primeras cuatro horas a partir de la preparación del extracto.

NOTA: Durante todo el periodo de extracción, debe ajustarse la velocidad del agitador de manera que el pigmento se mantenga en suspensión continua, evitando salpicar.

8.3 Método para la extracción ácida de plomo "soluble" [cuando el contenido total de plomo en la pintura exceda el 1% (mínimo)] (relación masa:volumen 1:1000).

8.3.1 Determinación preliminar de plomo total.

NOTA: A fin de mantener constante la relación de la masa de la muestra que contiene plomo al volumen de la solución de extracción de ácido clorhídrico, primero es necesario determinar el contenido total de plomo del pigmento preparado (8.1) o de la pintura en polvo (Punto 7), a partir del contenido total de plomo, es posible calcular (8.3.2.1) la masa de la muestra a usarse en la extracción.

8.3.1.1 Principio

Disolución del pigmento preparado o de la pintura en polvo en ácido nítrico y peróxido de hidrógeno determinación del contenido de plomo por espectrofotometría de absorción atómica con flama como se describe en la NOM-SS-3-1986.

8.3.1.2 Durante el análisis, use sólo reactivos de grado analítico y agua con una pureza de al menos grado 3 de acuerdo a ISO 3696.

8.3.1.2.1 Acido nítrico, densidad = 1.40 g/ml, alrededor de 65% (m/m).

8.3.1.2.2 Peróxido de hidrógeno, aproximadamente el 30% (m/m).

8.3.1.2.3 Acido clorhídrico 0.07 M.

8.3.1.3 Aparatos

Aparatos comunes de laboratorio y parrilla térmica, con control para regular la energía.

8.3.1.4 Procedimiento

8.3.1.4.1 Solución del extracto

Realizar el procedimiento con el pigmento preparado (8.1) o la pintura en polvo (Punto 7) por duplicado. Pesar con aproximación de unidades de mg. 0.1 g de la muestra y colocarla en un matraz cónico de 150 ml. Agregar 10 ml del ácido nítrico (8.3.1.2.1) seguido por dos gotas de la solución de peróxido de hidrógeno (8.3.1.2.2). Mezclar y agitar suavemente en la parrilla térmica (8.3.1.3) por cinco minutos, procurando no llegar a sequedad (ver nota). Dejar enfriar ligeramente y enjuagar las paredes del matraz con alrededor de 10 ml de agua. Hervir 5 min más. Dejar enfriar, filtrar si es necesario, y transferir el contenido a un matraz aforado de 250 ml. Aforar a la marca, tapar y mezclar. Esta es la solución del extracto.

NOTA: Las pinturas en polvo pueden requerir un tratamiento más drástico para disolver los pigmentos que contienen plomo. Para estos productos, puede necesitarse agregar más ácido nítrico y peróxido de hidrógeno y aumentar el tiempo de calentamiento.

8.3.1.4.2 Preparación de la solución de prueba

Tomar una alícuota de cada solución de extracto (8.3.1.4.1) de un tamaño determinado por el contenido de plomo esperado en la muestra (ver nota). Transferir la alícuota a un matraz aforado de 100 ml, aforar la marca con el ácido clorhídrico (8.3.1.2.3) y mezclar bien.

CONTENIDO DE PLOMO

ESPERADO	PORCION ALICUOTA
% (m/m)	ml
menor de 2	50
de 2 a 10	25
de 10 a 90	10

8.3.1.4.3 Preparación del reactivo blanco

Repetir los procedimientos descritos en 8.3.1.4.1, pero omitiendo la muestra . . . Tomar una alícuota de la solución blanco igual a la de la solución del extracto usado para preparar la solución prueba (8.3.1.4.2).

8.3.1.4.4 Determinación

Usar las soluciones de prueba y las soluciones de reactivo blanco, descritas en ISO-3356/1, subinciso 3.4.2.3.

Determinar su contenido de plomo por espectrofotometría de absorción atómica de acuerdo a la NOM-SS-3-1986 "Higiene industrial. Medio ambiente laboral. Determinación de plomo y compuestos inorgánicos de plomo. Método de absorción atómica", por duplicado.

Si las lecturas de los duplicados obtenidas difieren más del 2% del valor absoluto, preparar nuevas soluciones de prueba (8.3.1.4.2) y repetir los procedimientos.

8.3.1.5 Cálculos

Calcular el contenido total de plomo usando la ecuación

$$T = \frac{2.5 \cdot c}{m \times V}$$

Donde:

c es la concentración de plomo, en microgramos por mililitro de la solución, prueba obtenida de

la gráfica de calibración corregida por el valor blanco;

m_o es la masa en gramos, de la porción de prueba (8.3.1.4.1);

T es el contenido total de plomo del pigmento preparado o la pintura en polvo, como porcentaje en masa;

V es el volumen, en mililitros, de la alícuota del extracto tomada en 8.4.1.4.2;

Calcular la media de dos resultados.

8.3.2 Procedimiento de extracción.

8.3.2.1 Cálculo de la masa de la porción de prueba.

a) Para pigmentos preparados.

A partir del contenido del pigmento en la pintura líquida (ver punto 6), además del contenido de plomo de pigmento preparado, T, calcular el contenido total de plomo de la pintura. Si el contenido total de plomo es igual o mayor al 1% (m/m) de la pintura, calcular m_1 como se describe adelante y realizar el procedimiento de extracción como se describe en 8.3.2.4.

b) Para pinturas en polvo

Si el contenido total de plomo de la pintura en polvo es igual o mayor al 1% (m/m), calcular m_1 como se describe adelante y realizar el procedimiento de extracción como se describe en 8.3.2.4.

A partir del contenido total de plomo del pigmento preparado o de la pintura en polvo (como se calcula en 8.3.1.5), calcular la masa de la porción de prueba para la determinación del contenido de plomo "soluble", usando la ecuación.

$$m_1 = \frac{60}{T} \times 0.5 = \frac{30}{T}$$

Donde:

m₁ es la masa, en gramos, de la porción de prueba

T es el contenido total de pigmento preparado o de la pintura en polvo, como porcentaje en masa;

60 es el contenido de plomo promedio, como porcentaje en masa, de pigmentos de plomo típicos (Ver nota en 4.2).

8.3.2.2 Reactivos

Ver 8.2.1.

8.3.2.3 Aparatos

Ver 8.2.2.

8.3.2.4 Procedimiento

Realizar la extracción del pigmento preparado (8.1) o de la pintura en polvo (punto 7) por duplicado. Proteger la porción de prueba de la luz solar directa durante la extracción y antes del análisis.

Pesar la porción de prueba (m_1) con aproximación de 1 mg y colocarla en un vaso de precipitados de 1000 ml limpio y seco. Humedecer la porción de prueba [excepto cuando es una pintura en polvo (Ver punto 7)] con 2 ml de etanol (8.2.1.3), o la cantidad mínima para humedecer la porción de prueba, agitar (8.2.2.1) y agregar 500 ml del ácido clorhídrico diluido (8.2.1.1.), ajustado previamente a 23 ± 2 °C por medio de un baño de agua (8.2.2.5). Colocar el vaso de precipitados en el baño de agua y empezar a agitar la mezcla (Ver nota). Sumergir los electrodos del pH-metro (8.2.2.2) en la mezcla y, si es necesario, ajustar el pH del ácido clorhídrico diluido (8.2.1.1), por adición del ácido clorhídrico fuerte (8.2.1.2).

Continuar agitando por 60 ± 1 min verificando que la temperatura de la muestra se mantenga a 23 ± 2 °C durante el periodo de la prueba. Mantener el pH de la muestra por adición del ácido clorhídrico fuerte

(8.2.1.2). Al final del periodo de agitación, dejar que la mezcla permanezca otros 60 ± 1 min a $23 \pm 2^\circ\text{C}$. Entonces decantar la muestra a través del filtro de membrana (8.2.2.3) usando el aparato de filtración (8.2.2.4) y colectar el filtrado obtenido en los primeros 10 min (el cual debe ser una solución clara) en un recipiente de vidrio adecuado. Tapar inmediatamente el recipiente.

Guardar el extracto filtrado para la determinación de plomo "soluble" como se describe en la NOM-006-SSA1-1993. "Salud Ambiental. Pinturas y barnices, preparación de extracciones ácidas de capas de pintura seca para la determinación de plomo soluble. Métodos de prueba".

Tomar la alícuota apropiada para cada determinación. Realizar la determinación del contenido de plomo "soluble" del filtrado lo más pronto posible y dentro de las primeras cuatro horas posteriores a la preparación del extracto.

NOTA: Durante todo el periodo de extracción, debe ajustarse la velocidad del agitador de manera que el pigmento se mantenga en suspensión continua, evitando salpicar.

8.4 Solución de prueba blanco.

Tomar 75 o 500 ml según sea apropiado, del ácido clorhídrico diluido (8.2.1.1) y si es necesario, agregar 2 ml del etanol (8.2.1.3) (Ver 8.2.3 y 8.3.2.4). Guardar esta solución para las determinaciones del blanco de la porción del pigmento de la pintura.

9 Tratamiento de la porción líquida extraída

9.1 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua con una pureza al menos de grado 3 de acuerdo a ISO 3696.

9.1.1 Acido nítrico 1+1 diluir 1 parte, en volumen de ácido nítrico 65% (m/m) (densidad = 1.40 g/ml) con una parte en volumen de agua.

9.1.2 Acido clorhídrico diluido, HCl 0.07 M usar el mismo ácido que en 8.2.1.1.

9.2 Aparatos.

9.2.1. Baño de agua.

9.2.2. Parrilla térmica.

9.2.3 Horno mufla, capaz de mantenerse a una temperatura de $475 \pm 25^\circ\text{C}$.

9.2.4 Matraz aforado de 100 ml.

9.3 Procedimiento

Realizar el siguiente procedimiento con la porción líquida extraída por duplicado.

Realizar el mismo procedimiento con la solución de prueba blanco usando las mismas cantidades de todos los reactivos.

Transferir el contenido del recipiente de vidrio tapado, obtenido de acuerdo a 6.4, a un recipiente graduado y diluir a un volumen determinado con el solvente o mezcla de solventes (6.2). Transferir una alícuota (Ver nota de 6) a un plato de porcelana o sílica de capacidad apropiada. Evaporar (Ver nota 1) la parte principal del solvente, usando el baño de agua (9.2.1) (Ver nota 2).

Colocar el plato en la parrilla térmica (9.2.2) y aumentar lentamente la temperatura a fin de remover todo el solvente residual (Ver nota 3). Incrementar gradualmente la temperatura de la parrilla térmica hasta que el material se empiece a calcinar. Entonces transfiera el plato de la mufla (9.2.3), mantenida a $475 \pm 25^\circ\text{C}$, y llevar a cenizas (Ver nota 4). Cuando se complete la calcinación, retirar el plato de la mufla y dejarla enfriar a temperatura ambiente. Romper las cenizas en partículas pequeñas y dejar la vajilla en el plato durante el paso de filtración siguiente (Ver nota 5).

Agregar lentamente 10 ml del ácido nítrico (9.1.1) procurando evitar pérdida del material en caso de que la ceniza reaccione vigorosamente, calentar con cuidado en la parrilla térmica hasta dejar 2 o 3 ml de solución. Adicionar 10 ml más del ácido nítrico y continuar calentando en la parrilla térmica hasta dejar menos de 5 ml de solución. Agregar 20 a 25 ml de agua y filtrar la solución con papel filtro de porosidad media en un matraz aforado de 100 ml (9.2.4). Si el filtrado no aparece claro, volver a filtrar a través de papel

filtro de porosidad fina. Lavar el plato y el papel filtro varias veces con agua y agregar los lavados al matraz. Aforar con el ácido clorhídrico (9.1.2) y mezclar bien.

Guardar el extracto para la determinación de plomo "soluble". Tomar las alícuotas apropiadas para cada determinación.

NOTAS:

1. Si la muestra de pintura contiene nitrato de celulosa, agregar 2 g de parafina líquida a la porción líquida de la pintura antes de remover los solventes volátiles.

2. Si se desea, la mayor parte del solvente puede ser removido por destilación. Es preferible usar este último método cuando, por ejemplo, los solventes incluyen butanol o xileno.

3. Si la muestra de pintura contiene compuestos clorados, se formarán productos ácidos durante la calcinación. Por lo tanto, antes de calcinar, el residuo obtenido por evaporación hasta sequedad del extracto de la porción líquida debe cubrirse con carbonato de sodio anhidro para neutralizar estos productos. Se debe agregar aproximadamente 1 g de carbonato de sodio por cada gramo de residuo. En caso de ser necesario agregar una cantidad relativamente grande de carbonato de sodio, es recomendable tomar una alícuota adecuada del extracto combinado.

Debe aplicarse el mismo procedimiento a la solución blanco.

4. Cuando la calcinación se realiza arriba de 500°C pueden ocurrir pérdidas de cadmio y plomo por volatilización.

5. Si la muestra de pintura contiene antimonio y plomo, es probable que se forme un compuesto insoluble que será retenido en el residuo insoluble en ácido; consecuentemente se obtendrán resultados bajos. Para evitar que ocurra esto, calcine las muestras como se indicó, triture las cenizas hasta un polvo fino, colóquelo en el mismo recipiente y mézclelo con alrededor de 6 veces su masa de una mezcla de partes iguales de carbonato de sodio anhidro y azufre. Cubra el recipiente y caliente sobre una flama moderada hasta que desaparezca el olor de bióxido de azufre. Esto debe ocurrir en una o dos horas.

Enfriar y digerir con una pequeña cantidad de agua caliente hasta que el material fundido esté completamente roto. Filtrar, transferir el residuo al papel filtro con una solución de sulfuro de sodio al 1% (m/m) y lavar el residuo con la misma solución. Decantar el filtrado y los lavados.

Disolver el residuo en la mínima cantidad de una solución de ácido nítrico 5 M hirviendo; filtrar y lavar con agua caliente en un matraz aforado de 100 ml (9.2.4). Aforar con el ácido clorhídrico diluido (9.1.2) y mezclar bien.

Debe aplicarse el mismo procedimiento a la solución blanco.

6. Cuando se calcule el contenido de plomo "soluble" será necesario tomar en cuenta el volumen total de la porción líquida extraída.

10 Bibliografía

NOM-Z-013/01-1977. "Guía para la redacción, estructuración y presentación de las Normas Oficiales Mexicanas.

ISO-1512-1974. Paints and varnishes-Sampling.

Muñoz H., Romieu I., Hernández-Avila M., *et al.* Blood Lead and Neurobehavioral Development among Children Living in Mexico City. Archives of Environmental Health. 1993; No. 3, Vol. 48: 132-138.

Romieu I., Palazuelos R. E., Meneses E., Hernández-Avila M. Vehicular Traffic of Blood-lead Levels in Children: A Pilot Study in Mexico City. Archives of Environmental Health. 1992; No. 4, Vol. 47: 246-249.

Hernández-Avila M., Romieu I., Ríos C., *et al.* Lead Glazed Ceramics Major Determinants of Blood Lead Levels in Mexican Women. Environmental Health Perspectives 1991; Vol. 94: 117-120.

Romieu I., Palazuelos R., Hernández-Avila M., *et al.* Sources of Lead Exposure in Mexico City. Environmental Health Perspectives 1994; Vol. 102

López-Rojas M., Santos-Burgoa, Ríos C., *et al.* Use of Lead-Glazed Ceramics is the Main Factor Associated to High Lead in Blood Levels in Two Mexican Rural Communities. Journal of Toxicology and Environmental Health. 1994; Vol. 42: 45-62.

11 Concordancia con normas internacionales

La presente concuerda parcialmente con la Norma Internacional siguiente:

ISO-6713:1984. "Paints and varnishes-Preparation of acid extracts from paints in liquid or powder form".

12 Observancia de la Norma

Laboratorios que realicen las determinaciones de plomo en extracciones ácidas de pinturas líquidas o en polvo.

La vigilancia de la observancia de esta Norma, corresponde a la Secretaría de Salud, mediante muestreos aleatorios siguiendo los procedimientos que marca la Ley General de Salud.

Para los casos que requieran de un procedimiento especial de muestreo, se utilizará como referencia la Norma Oficial Mexicana NOM-Z-12/2-1987. "Muestreo para la inspección por atributos-Parte 2: Métodos de muestreo, tablas y gráficas".

13 Vigencia

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor con su carácter obligatorio, al día siguiente de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., 5 de septiembre de 1994.- El Director General de Salud Ambiental, **Filiberto Pérez Duarte**.-
Rúbrica.