

11-17-94 NORMA Oficial Mexicana 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. Métodos de prueba.

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 11 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 habiendo vencido el término de noventa días naturales previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, sin que el expresado Comité haya recibido comentario alguno al proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana.

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-006-SSA1-1993. "SALUD AMBIENTAL. PINTURAS Y BARNICES. PREPARACION DE EXTRACCIONES ACIDAS DE LAS CAPAS DE PINTURA SECA PARA LA DETERMINACION DE PLOMO SOLUBLE. METODO DE PRUEBA".

1 Objetivo y campo de aplicación

Esta Norma Oficial Mexicana establece los métodos para la preparación de extracciones ácidas requeridas para la determinación del contenido de plomo "soluble" en las capas de pintura seca. Los extractos ácidos son preparados en una solución de ácido clorhídrico 0.07 M, la cual se escogió como una aproximación de las condiciones de la acidez del estómago.

Los métodos aquí descritos permiten preparar extractos de porciones de prueba que pesan entre 25 y 250 mg. Cuando no sea posible obtener una porción de prueba de 25 mg o se requiera una porción de prueba mayor de 250 mg, será necesario realizar una modificación apropiada al método.

2 Referencias

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".

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

3 Método de prueba

a) Principio

Una muestra de la capa de pintura seca se raspa del material base y se muele hasta que pueda pasar completamente a través de una malla con apertura de 500 μm . El material triturado o una porción de éste, se extrae después con ácido clorhídrico en las condiciones aquí especificadas.

b) Reactivos

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

- Acido clorhídrico, aproximadamente 18% (m/m), esto es alrededor de 5M.
- Acido clorhídrico 0.07 M.
- Etanol al 95% (v/v).

c) Aparatos

Aparatos comunes de laboratorio además de los siguientes:

- Escalpelo.
- Tamices, de una apertura nominal de 150 μm y 500 μm (de acuerdo con ISO- 565), de acero inoxidable o latón.
- Parrilla de calentamiento con agitación magnética, con controles apropiados (ver figura 1).
- Balanza analítica, capaz de pesar hasta 0.1 mg.
- Embudo de filtración con capacidad nominal de 7 ml, embonado a un filtro de vidrio sinterizado con un tamaño de poro de 1.6 μm a 4.0 μm y modificado como lo muestra la figura 1, aumentando la junta superior para adaptar el tallo del electrodo del pH-metro y la punta de la jeringa micrométrica.

Cuando están disponibles porciones de prueba de 100 mg o más debe usarse un vaso de precipitados de 25 ml, pero el extracto deberá pasarse a través del filtro de vidrio sinterizado o un filtro de membrana.

- Barras magnéticas miniaturas (10 mm x 5 mm y 5 mm x 3 mm).
- Pipetas graduadas:
 - a) Con capacidad para servir 0.5 ml al menos en etapas de 0.05 ml.
 - b) Con capacidad para servir 10 ml al menos en etapas de 2.5 ml.
- pH-metro, de electrodos combinados con un diámetro externo de 5 mm.
- Jeringa micrométrica.
- Turbo adaptador, con junta esmerilada de vidrio con un brazo lateral para conectarlo al sistema de succión.
- Tubería flexible resistente a ácidos.

d) Preparación de la muestra de prueba

- De una capa de pintura seca sobre el material base, acondicione la película de pintura y el material base a 23°C \pm 2°C y 50 \pm 5% de humedad relativa por una hora.
- Cuando la película de pintura está disponible en cantidad suficiente.

Cuando ya está acondicionada, remueva la película de pintura del material base por medio de un escalpelo. Tenga cuidado de no remover el material base junto con la pintura. Triture la película en un mortero y páselo a través de un tamiz con apertura de malla de 500 μm , usando la mano del mortero con el mínimo de fuerza para evitar deformar la malla del tamiz. Asegúrese que la muestra completa pase a través del tamiz. Si hay dificultad en el triturado debido a plasticidad residual, se debe implementar un método alternativo de fragmentación (por ejemplo, cortando) mediante el cual el tamaño de partícula sea reducido hasta pasar por un tamiz de 1 mm de apertura de malla. Esto debe registrarse en el informe de prueba.

De ninguna manera deberá triturarse la película de pintura por un método en el que exista la posibilidad de sobrecalentamiento o un enfriamiento excesivo, ya que esto puede afectar desfavorablemente al material y la extracción.

- Cuando la película de pintura está en cantidad limitada.

Una vez acondicionada, remueva la película de pintura como se describe en 6.1.1. Muela la película partiéndola o rompiéndola usando un mortero para evitar pérdidas, y entonces páselo a través del tamiz de

500 µm de apertura de malla usando la mano del mortero y el mínimo de fuerza para evitar la distorsión de la apertura de tamiz. Asegúrese que la muestra completa pase a través del tamiz.

- Cuando la pintura está líquida y quiere probarse en seco.

Tome una muestra representativa del producto a probarse.

Si existe alguna nata, remueva lo mejor posible. Agite la muestra vigorosamente y, si es necesario pásela a través de un tamiz de 150 µm de apertura de malla para eliminar cualquier nata restante u otro material extraño.

Al menos que esté especificado de otra manera, prepare placas de vidrio liso. Recubra cada placa por el método especificado para el producto. Seque (o en el caso de pinturas horneadas, hornee) y deje cada placa durante el tiempo y condiciones especificadas. Prepare la muestra de prueba a partir de la película seca.

Si el método de secado y aplicación del producto no está especificado, la pintura deberá ser aplicada por el método más conveniente y el secado deberá realizarse a $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ a una humedad relativa de $50 \pm 5\%$ durante 28 días.

e) Procedimiento

- Realice la extracción por duplicado (si no hay muestra de prueba disponible en cantidad suficiente, realice una sola extracción y repórtelo en el informe). Durante la extracción y el periodo de reposo establecido, no exponga la solución de prueba a la luz del sol. Mantenga la temperatura de extracción a $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

- Del material triturado, pese con una exactitud de 0.1 mg una porción que dependerá de la cantidad disponible.

Realice el procedimiento a) si la cantidad de muestra no está limitada, y el b) si la cantidad de muestra es limitada.

a) Transfiera la porción pesada, de preferencia 200 mg pero no menos de 100 mg, a un vaso de precipitados de 25 ml.

b) Transfiera la porción pesada, la cual no deberá ser menor de 25 mg, al embudo de filtración.

En cualquier caso, coloque la barra magnética miniatura y humedezca la porción de prueba con el etanol usando 0.1 ml por cada 50 mg de la porción de prueba.

Si no es posible obtener una porción de prueba de por lo menos 25 mg, use un embudo de filtración más pequeño y agregue no menos de 0.05 ml de etanol para humedecer la porción de prueba.

- Coloque el vaso de precipitados o el embudo de filtración y su contenido sobre la parrilla con agitación magnética. Adicione con una pipeta aproximadamente 50 veces la masa de la muestra de prueba (esto es, 5 ml por cada 100 mg) del ácido clorhídrico diluido, ajustado previamente a una temperatura de $23^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$.

Inserte inmediatamente los electrodos del pH-metro y empiece a agitar el líquido a una velocidad apropiada para mantener la porción de prueba en suspensión continua. Continúe la agitación por 60 minutos ± 1 minuto. Mantenga el pH de la suspensión al valor del ácido clorhídrico diluido, agregando pequeñas alícuotas de ácido clorhídrico contenido en la jeringa micrométrica, cuando se requiera, durante el periodo de agitación.

- Después de finalizar la agitación, permita que la muestra repose por 60 minutos ± 1 minuto.

Si se ha usado un vaso de precipitados de 25 ml, decante el contenido a través del filtro, conectando vía el conector a un tubo de filtración (ver figura 2), aplicando succión si es necesario y colecte el filtrado en el tubo de filtración. Desensamble el filtro y desconecte la línea de vacío e inmediatamente tape el tubo de filtración.

Si se ha usado un embudo de filtración, conecte el cuello del filtro al conector, usando la menor longitud posible de tubo flexible y luego conecte al tubo de filtración (ver figura 2), y filtre la mezcla, por succión si es necesario, conectando el filtrado en el tubo de filtración. Quite el embudo de filtración y la línea de vacío, e inmediatamente el tubo de filtración de la parte superior y el brazo lateral.

La solución, después de cada uno de estos procedimientos debe permanecer clara; por lo tanto vuelva a filtrar cuando sea necesario. Si la solución no es clara después de una segunda filtración, repita el procedimiento completo.

- Guarde el filtrado (extracto) para la determinación de plomo soluble según las partes apropiadas de la norma ISO-3856:1984. Realice las determinaciones requeridas dentro de las cuatro horas siguientes a la preparación del extracto.

NOTA: Se recomienda hacer las pruebas por duplicado.

4 Bibliografía

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

ISO-565:1990. "Test sieves-Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet-Nominal sizes of openings".

ISO-3856:1984. "Paints and Varnishes-Determination of "soluble" metal content-Part 1: Determination of lead content-Flame atomic absorption spectrometric method and dithizone spectrophotometric method".

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.

5 Concordancia con normas internacionales

La presente Norma es técnicamente equivalente con la Norma ISO-6714:1990 "Paints and varnishes-Preparation of acid extracts from dried paint films".

6 Observancia de la Norma

Los laboratorios que realicen determinaciones de plomo soluble en extracciones ácidas de las capas de pintura seca, deberán observar esta Norma Oficial Mexicana.

La vigilancia de la observancia de esta Norma corresponde a la Secretaría de Salud, mediante muestreos aleatorios y 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".

7 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 Reección.

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