

## METODO COLORIMETRICO SIMPLE PARA DETERMINAR PLOMO SOLUBLE EN ESMALTES CERAMICOS

A. Díaz, J.A. García, J. Ocampo y A. Valdez

Centro de Investigación de Materiales

Universidad Nacional Autónoma de México

(recibido 3 de mayo, 1977)

### ABSTRACT

In this paper we present a simple colorimetric method to determine up to 2 p.p.m. of lead in a water solution. This method has the advantage of not requiring sophisticated and/or costly equipment. It is easily reproducible and is adaptable for the quantitative determination of the standard procedure of leading in glazed ceramics.

### RESUMEN

En este trabajo se presenta un método colorimétrico simple para determinar hasta 2 p.p.m. de plomo en solución acuosa. Este método tiene la ventaja de no requerir equipos sofisticados y/o costosos, es fácilmente reproducible y está adaptado para la determinación cuantitativa de plomo, extraído mediante el procedimiento estándar de la cerámica vidriada.

### 1. INTRODUCCION

Los artículos cerámicos destinados a alimentos y bebidas generalmente poseen una capa superficial de esmalte vitreo cuyas funciones principales son la de proporcionar impermeabilidad a los recipientes y además aumentar el valor estético<sup>(1,2)</sup>. Tanto en la producción industrial como artesanal, la gran mayoría de estos esmaltes vitreos incluyen en su formulación compuesto de plomo, los cuales puede ser solubilizados en mayor o menor grado por ácidos débiles tales como el cítrico y el acético, presentes en algunos alimentos<sup>(3,5,13,14)</sup>. Tanto el plomo como sus compuestos, son tóxicos y están clasificados dentro de los venenos acumulativos<sup>(4)</sup>. Este problema de toxicidad es conocido desde tiempos remotos<sup>(6)</sup> y se han establecido varias legislaciones para protección de la salud pública<sup>(5)</sup>. La norma mexicana más reciente fue

aprobada el 21 de agosto de 1971 y publicada en el Diario Oficial de la Federación<sup>(7)</sup>.

Se considera que un recipiente cerámico con esmalte vitreo presenta riesgos para la salud, cuando libera más de 7 p.p.m. de plomo<sup>(8)</sup>, siguiendo el procedimiento estandar de extracción de plomo soluble, el cual se describe a continuación.

## 2. METODOS DE DETERMINACION DE PLOMO SOLUBLE EN ESMALTES CERAMICOS

El procedimiento estandar para extraer plomo soluble de esmaltes cerámicos consiste de los siguientes pasos<sup>(9)</sup>:

- a) lavar el recipiente cerámico con detergente doméstico y enjuagarlo con agua destilada,
- b) llenarlo con una solución de agua destilada y ácido acético\* al 4% y tapar el recipiente,
- c) dejar reposar durante 24 horas a temperatura ambiente,
- d) vaciar la solución en un frasco de vidrio previamente lavado y enjuagado con agua destilada.

En este punto la solución esta lista para analizar su contenido de plomo.

Además del método colorimétrico visual que se propone, existen varios métodos para cuantificar el plomo disuelto en la solución. El método de la ditizona<sup>(10)</sup> es uno de los más conocidos, otros métodos están basados fundamentalmente en la utilización de equipos de absorción óptica o atómica<sup>(11)</sup>.

## 3. DESCRIPCION DEL METODO

Al utilizar el procedimiento estandar para extraer los compuestos de plomo descrito anteriormente, el ácido acético diluído reacciona con los constituyentes de la capa vitrea produciendo entre otros, acetado de plomo. El acetato de plomo es soluble en agua y la solución final es incolora; se ha encontrado experimentalmente que en el caso de la loza vidriada mexicana la concentración de plomo en la solución mencionada varía comunmente entre cero y 250 p.p.m.<sup>(12)</sup>.

---

\* Grado reactivo

El método propuesto consiste básicamente en precipitar el plomo del acetato como sulfuro de plomo, obteniéndose una coloración que tiende a ser más oscura a medida que el contenido de plomo en la solución es mayor. La determinación cuantitativa del contenido de plomo se logra mediante la comparación visual de la muestra problema con una serie de muestras patrón de concentración conocida.

#### 4. REACTIVOS

Acido acético glacial  
Acetato de plomo  
Pirita de fierro  
Acido clorhídrico  
Agua destilada

#### 5. MATERIALES

15 tubos de ensaye de 19 mm  
1 gradilla para tubos de ensaye  
2 matraces erlenmayer de 250 ml con sus respectivos tapones bioradados  
1 metro de tubo de vidrio de 5 mm de diámetro  
1 embudo de vidrio de 100 ml  
1 matraz aforado de 1000 ml  
1 matraz aforado de 100 ml  
1 pipeta de 25 ml  
1 pipeta de 10 ml  
1 balanza  
1 espátula de acero inoxidable

#### 6. PREPARACION DE MUESTRAS PATRON

Se colocan 1.285 grs. de acetato de plomo en un matraz aforado de 1000 ml y se afora con agua destilada agitando hasta disolver el acetato de plomo. Esta solución contendrá 1000 p.p.m. de plomo (solución A). Se toman 20 ml de la solución A y se aforan a 1000 ml para obtener la solución B con 20 p.p.m. de plomo. De ésta última (solución B) se toman

10, 20, 30, 40 y 50 ml aforando a 100 ml en cada caso, con lo que se obtienen las muestras patrón de 2, 4, 6, 8 y 10 p.p.m. respectivamente.

### 7. PROCESO DE SULFHIDRACION

El dispositivo para sulfhidrar se ilustra en la figura 1 y se procede de la siguiente manera, se colocan 200 grs. aproximadamente de pirita de fierro en el matraz (I), en el matraz (II) se agregan 150 ml de agua y por último se añade por el embudo de vidrio colocado en el matraz (I) ácido clorhídrico diluído 50% en volumen. Obteniéndose de esta manera ácido sulfhídrico gaseoso.

Las muestras patrón deberán sulfhidrarse burbujeando cada una de ellas hasta precipitar por completo el sulfuro de plomo. Se obtienen coloraciones que van del amarillo claro (2 p.p.m.) al café (10 p.p.m.).

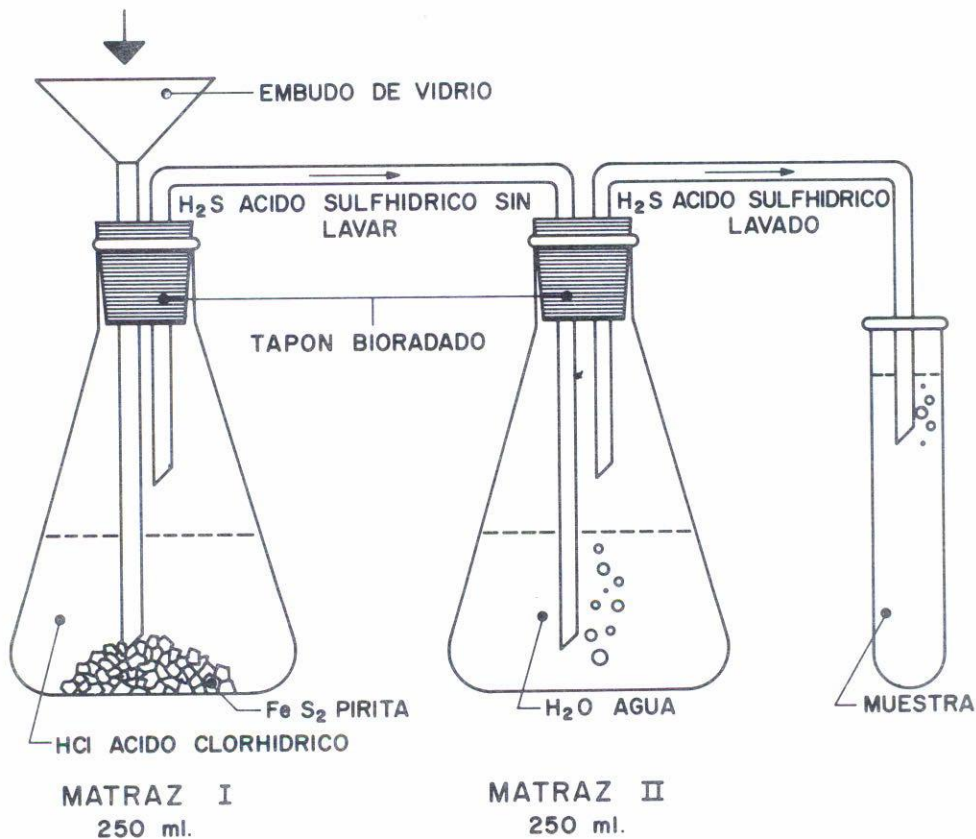


Fig. 1

Para analizar el contenido de plomo soluble en un recipiente cerámico con esmalte vitreo, se sigue el procedimiento estandard descrito anteriormente y la solución final se sulfhidra hasta que ya no precipite más sulfuro de plomo, a continuación el color de esta muestra se compara visualmente con las muestras patrón que han sido ya preparadas, determinándose de esta manera la concentración de plomo soluble de la muestra problema.

Si la coloración de la muestra estudiada es más oscura que la muestra patrón de 10 p.p.m. deberán hacerse diluciones sucesivas hasta poder determinar la concentración de plomo.

Es importante hacer notar que la coloración de las soluciones en estudio y las patrón cambian con el tiempo, por lo que se recomienda hacer las determinaciones en el momento de preparar las muestras patrón, de tal forma que la determinación se efectúe en un tiempo no mayor de 1 hora.

#### 7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

No obstante que en este método pueden presentarse interferencias en el análisis debido a la presencia de otros metales pesados, estas interferencias son mínimas, debido a que el plomo es el principal metal usado en esmaltes cerámicos.

El método colorimétrico visual propuesto es mucho más simple que los métodos convencionales mencionados, es fácilmente reproducible y no requiere equipos sofisticados y/o costosos. Además su sensibilidad y precisión son adecuados para la cuantificación de plomo soluble en esmaltes cerámicos.

#### AGRADECIMIENTOS

Queremos expresar nuestro agradecimiento al Dr. Héctor Riveros -- Rotgé por sus valiosas sugerencias y recomendaciones.

## REFERENCIAS

1. Maurice Chandler, *Ceramics in the Modern World*, Aldus Book, London (1967) 89.
2. C.F. Leiser, *Glass. Ind.* 44 (1963) 509.
3. G. Viniegra, R. Escobar, *Salud Pública de México VIII*, (1966) 61.
4. J.F. Cole, *Am. Cer. Soc. Bull.*, 50 (1971) 917.
5. S. Cendejas, A. Díaz, *Salud Pública de México XVI* (1974) 84.
6. Z. Bieler, *The Montreal Star*, Dec. 27 (1969), 41.
7. Dirección General de Normas, S.I.C. Norma DGN-H-9-1971.
8. J.F. Smith, *Fact. About Lead Glazes for Art Potters and Hobbgists*, Lead Industries Association, July (1971).
9. Food and Drug Administration, *Laboratory Information Bulletin No. 834*.
10. L.J. Snyder, *Analyt. Chem.* 19 (1947) 668.
11. American Society for Testing and Materials, Vol. 13 C-555 (1969) 470.
12. J.A. Sampedro, *Estudio del contenido de plomo contaminante en cerámica de Sn. Pedro Tlaquepaque, Jalisco, México*, Congreso Mexicano de Química Pura y Aplicada, Queretaro, Qro. (1973).
13. S. Cendejas et al. *Naturaleza (edición especial) diciembre* (1973).
14. R. Eppler, W. Schweikert, *Am. Cer. Soc. Bull* 55 (1976) 277.