

PROY-NMX-122-SCFI-2005

**POTABILIZACIÓN DEL AGUA PARA USO Y CONSUMO
HUMANO - SULFATO DE ALUMINIO - ESPECIFICACIONES Y
MÉTODOS DE PRUEBA**

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN
CONSUMPTION-ALUMINUM SULFATE -SPECIFICATIONS AND
TEST METHODS**

PREFACIO

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

COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA
SECRETARÍA DE SALUD, DIRECCIÓN GENERAL DE SALUD AMBIENTAL
SECRETARÍA DE SALUD, LABORATORIO NACIONAL DE SALUD PÚBLICA
SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO, GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
GERENCIA REGIONAL DE AGUAS DEL VALLE DE MÉXICO
SISTEMA INTERMUNICIPAL DE LOS SERVICIOS DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO DE LA ZONA METROPOLITANA DE GUADALAJARA
FACULTAD DE QUÍMICA, UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS BIOLÓGICAS, INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
CERTIFICACIÓN MEXICANA, S.C
FERMI, S.A. DE C.V.
ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUÍMICA
SILICATOS Y DERIVADOS, S.A. DE C.V.
QUÍMICA LUSSAK, S.A. DE C.V.
KEMWATER DE MÉXICO, S.A DE C.V.
CORPORACIÓN QUÍMICA OMEGA
MOLIENDAS TIZAYUCA, S.A. DE C.V.
PROSI PVS CHEMICAL, S.A. DE C.V.

ÍNDICE

0 INTRODUCCIÓN
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN
2 REFERENCIAS
3 DEFINICIONES
4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO
5 ESPECIFICACIONES
6 MUESTREO
7 MÉTODOS DE PRUEBA
8 MEDIDAS DE SEGURIDAD
9 EVALUACIÓN DE LA CONFORMIDAD
10 MARCADO, ETIQUETADO Y ENVASE
11 BIBLIOGRAFÍA
12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

**POTABILIZACIÓN DEL AGUA PARA USO Y CONSUMO
HUMANO
SULFATO DE ALUMINIO
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN
COMSUMPTION-ALUMINUM SULFATE -SPECIFICATIONS AND
TEST METHODS**

0 INTRODUCCIÓN

La necesidad de abastecer agua para uso y consumo humano, que cumpla con las características organolépticas, microbiológicas y químicas establecidas por la normativa, ha obligado la implementación de mejoras en los tratamientos de potabilización. En este contexto se hace necesario que en dichos tratamientos sean utilizados productos químicos específicos, que no presenten efectos potenciales adversos a la salud.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece las especificaciones que debe cumplir el sulfato de aluminio como coagulante utilizado para la potabilización del agua para uso y consumo humano, así como la metodología de muestreo y los métodos de prueba para determinarlas.

2 REFERENCIAS

Para la correcta interpretación de esta Norma, deben consultarse las siguientes normas mexicanas y normas oficiales mexicanas vigentes:

NOM-008-SCFI	Sistema general de unidades de medida
NMX AA-115 SCFI	Análisis de agua-criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.
NMX-AA-051-SCFI	Análisis de Agua – Determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas - método de prueba.
NOM-004-STPS	Relativa a los sistemas de protección y dispositivos de seguridad en la maquinaria, equipos y accesorios en los centros de trabajo.
NOM-010-STPS	Relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se produzcan, almacenen o manejen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral.

NOM-017-STPS	Relativa al equipo de protección personal para los trabajadores en los centros de trabajo.
NOM-018-STPS	Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo.
NOM-003-SCT	Características de las etiquetas de envases y embalajes destinadas al transporte de sustancias, materiales y residuos peligrosos.
NOM-030-SCFI	Información comercial - declaración de cantidad en la etiqueta-especificaciones
NOM-050-SCFI	Información comercial-Disposiciones generales para productos.

3 DEFINICIONES

En esta norma se aplican las siguientes definiciones:

alúmina: mineral que contiene aluminio combinado como trióxido de aluminio (Al_2O_3).

blanco analítico o de reactivos: agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema de acuerdo a NMX AA-115 SCFI-2001.

CAS: siglas en inglés del Chemical Abstracts Service, Organismo que elabora bases de datos de compuestos químicos.

EINECS: siglas en inglés del European Inventory of Existing Commercial Chemical Substances, Inventario europeo de sustancias químicas comerciales.

hidrólisis: ruptura o descomposición de los compuestos químicos por acción del agua.

llevar a peso constante: proceso en el cual, a través del calentamiento, el material es secado para eliminar la humedad contenida en sus intersticios. Cuando el material ya no tiene más humedad que perder, su masa permanece constante.

material activo del sulfato de aluminio (alúmina combinada): es el aluminio soluble en agua, que se encuentra combinado como sulfato de aluminio, $Al_2(SO_4)_3$. El material activo también se denomina alúmina activada.

punto de cristalización: temperatura a la cual un sólido en disolución, adquiere los elementos característicos para formar una red cristalina.

solubilidad en agua: la capacidad que tiene un compuesto o soluto de disolverse en el agua. Está dada por la relación entre la masa del soluto que es disuelta en un determinado volumen de agua, depende directamente de la temperatura e inversamente de la presión.

sulfato de aluminio sólido: el producto de reacción entre el ácido sulfúrico y un mineral rico en aluminio. Se refiere al aluminio (III) soluble en agua que se encuentra

combinado como sulfato de aluminio. su fórmula química es $Al_2(SO_4)_3$. En forma seca se presenta como terrones, polvo o granular.

sulfato de aluminio líquido: disolución con diferentes porcentajes en masa, de la forma sólida de sulfato de aluminio.

trióxido de aluminio o alúmina: es otra manera de reportar el material activo que contiene el sulfato de aluminio expresado como Al_2O_3 .

trióxido de aluminio libre o alumbre alcalino: es el aluminio soluble en agua que no está combinado como sulfato de aluminio [$Al_2(SO_4)_3$], está combinado como trióxido de aluminio (Al_2O_3) y es expresado como "trióxido de aluminio libre" (Al_2O_3 libre).

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

4.1 Nombre químico

Sulfato de aluminio.

4.2 Sinónimo

Alumbre.

4.3 Fórmula empírica

$Al_2(SO_4)_3$

4.4 Fórmula química

$Al_2(SO_4)_3 \cdot n H_2O$

4.5 Masa molecular

342,14 g/mol ($Al_2(SO_4)_3$).

4.6 Número de registro del CAS

$Al_2(SO_4)_3$ 10043-01-3

4.7 Número de registro del EINECS

$Al_2(SO_4)_3$ 233-135-0

4.8 Propiedades físicas

4.8.1 Densidad

Las densidades de las disoluciones de sulfato de aluminio libre de hierro están dadas en la Tabla 1, y dependen de las concentraciones de material activo, expresados en gramos de sulfato de aluminio por mililitro de disolución (g /mL) y en Grados Baumé; son valores típicos o aproximados que varían con la acidez.

Tabla 1. Densidades de las disoluciones del sulfato de aluminio libre de hierro

% de Al ₂ O ₃	% de Al	°Bé	Densidad g / mL a 15 ° C
7,30	3,86	32,5	1,2889
7,40	3,92	33,0	1,2946
7,50,	3,97	33,5	1,3004
7,70	4,07	34,0	1,3063
7,80	4,13	34,5	1,3098

4.8.2 Solubilidad en agua

Se recomienda no utilizar disoluciones con concentraciones mayores a 8% de Al₂O₃ (equivalente a 4,2 % de aluminio o 42,4 g de aluminio /kg de disolución) en masa a temperaturas cercanas a 0 °C, para evitar la sedimentación.

4.8.3 Punto de cristalización

Es de - 7°C para una disolución que contiene 8% de Al₂O₃ (equivalente a 4,2 % de aluminio o 42,4 g de aluminio /kg de disolución).

4.9 Propiedades químicas

El sulfato de aluminio presenta sales hidratadas y disoluciones ácidas. Cuando el sulfato de aluminio se encuentra muy diluido, se hidroliza y forma un precipitado de hidróxido de aluminio.

Los compuestos de aluminio son anfóteros, por lo que deben ser utilizados en un intervalo determinado de pH.

5 ESPECIFICACIONES

El sulfato de aluminio es comercializado con diferentes grados de calidad, conocidas como estándar y libre de hierro, sus principales diferencias son los contenidos de hierro, ácido sulfúrico y material activo (aluminio).

5.1 Apariencia

5.1.1 Sólido

El sulfato de aluminio en forma sólida, debe tener apariencia seca y limpia, puede presentarse como polvo o gránulos blancos para el libre de hierro y ámbar para el estándar y tener diferentes tamaños de partículas.

5.1.2 Líquido

El sulfato de aluminio debe ser un líquido translúcido.

5.2 Tamaño de partícula del sulfato de aluminio granular

El 100 % del producto debe pasar por malla de 4,75 mm y no menos del 90 % del producto debe pasar por malla de 1,70 mm.

El método de prueba para determinar el tamaño de partícula del producto está descrito en el punto 7.1 de esta norma.

5.3 Pureza del sulfato de aluminio

El sulfato de aluminio es el resultado de diversos procesos de fabricación, su pureza puede variar, no debe ser, en ningún caso, una mezcla de productos comerciales y debe cumplir con el contenido de material activo especificado en la Tabla 2, el método de prueba para determinarlo está indicado en la misma Tabla.

Tabla 2. Contenido del aluminio y alúmina (%) como material activo

Clase de producto	Presentación	Contenido mínimo de aluminio %	Contenido mínimo de alúmina %	Método de prueba
Estándar	Líquido	3,1	5,9	7.5
Estándar	Sólido	8,9	16,9	7.5
Libre de hierro	Líquido	3,1	5,9	7.5
Libre de hierro	Sólido	8,9	16,9	7.5

5.4 Impurezas

5.4.1 Material insoluble en agua

a) Para el sólido

Máximo 0,5 % en masa.

b) Para el líquido

Máximo 0,2 %

El método de prueba para determinar material insoluble en agua está descrito en el punto 7.2 de esta norma

5.4.2 Contenido de trióxido de aluminio libre.

No debe ser mayor del 0,5 %.

5.4.3 Acidez libre como ácido sulfúrico

No debe ser mayor a 1,5 %

El método de prueba para determinar 5.4.2 y 5.4.3 está descrito en el punto 7.3 de esta norma.

5.4.4 Hierro total

El producto debe cumplir las especificaciones dadas en la Tabla 3. El método de prueba está indicado en la misma Tabla.

Tabla 3. Límites de hierro

Grado	Impureza	Límite máximo mg Fe ₂ O ₃ / kg de Al ₂ (SO ₄) ₃ sólido al 17% de alúmina,	Límite máximo g Fe / kg de Al	Método de prueba
Libre de hierro	Fe	100	0,8	7.4
Estándar	Fe	27 500	216	7.4

El usuario podrá solicitar menores niveles de concentración de hierro (como Fe₂O₃ o como Fe)

5.5 Sustancias tóxicas

El sulfato de aluminio no debe contener sustancias tóxicas que rebasen los límites dados en la tabla 4, para dosificaciones que no excedan 150 mg/L. Los métodos de prueba para determinar las sustancias tóxicas están señalados en la misma tabla.

Tabla 4 Sustancias tóxicas

Parámetro	Límites máximos permisibles		Métodos de prueba
	mg/kg de Al ₂ (SO ₄) ₃ sólido al 17% de alúmina (base seca)	mg / kg de Al	
Arsénico	9	101	7.6
Bario	400	4490	7.6
Cadmio	3	34	7.6
Cobre	800	8990	7.6
Cromo Total	33	371	7.6
Mercurio	1	11	7.6
Plomo	7	79	7.6
Selenio	7	79	7.6

El usuario podrá solicitar menores niveles de concentración de sustancias tóxicas

5.6 Impurezas en general

El producto no debe contener sustancias que deterioren la salud de los consumidores del agua tratada apropiadamente con el sulfato de aluminio.

6 MUESTREO

El muestreo se efectuará en el producto terminado y envasado. El muestreo tendrá como fin verificar si las muestras cumplen con las especificaciones establecidas y, en su caso, para efecto de certificación.

6.1 Muestreo de líquidos a granel

Se deberán tomar cinco muestras de 100 mL aproximadamente, a diferentes alturas o sectores del recipiente de almacenamiento a granel. Las muestras individuales se deberán combinar y mezclar concienzudamente para formar una mezcla compuesta simple de 500 mL aproximadamente. La muestra se vaciará en tres recipientes herméticos, de 125 mL aproximadamente, de vidrio o de otro material adecuado, a prueba de humedad y sellados. Cada recipiente estará claramente etiquetado con el nombre del producto, tipo del contenedor muestreado, nombre del productor, datos del muestreo, lugar de producción y muestreo, número de lote y la firma del responsable del muestreo.

Una muestra será utilizada para análisis, las dos muestras restantes quedarán retenidas para efecto de reevaluación.

6.2 Muestreo de sólidos a granel

Se deberá obtener una mezcla compuesta mediante la selección de cinco muestras individuales de 100 g aproximadamente, las muestras serán tomadas ya sea a diferentes niveles o sectores del recipiente de almacenamiento a granel. Las muestras individuales deberán combinar y mezclar concienzudamente, para formar una mezcla compuesta, de aproximadamente 500 g. La muestra se vaciará en tres recipientes herméticos, de 160 g aproximadamente, de vidrio o de otro material adecuado, a prueba de humedad y sellados. Cada recipiente estará claramente etiquetado con el nombre del producto, tipo del contenedor muestreado, nombre del productor, datos del muestreo, lugar de producción y muestreo, número de lote y la firma del responsable del muestreo.

6.3 Muestreo de empaques

Se deberá obtener una mezcla compuesta de los lotes de sulfato de aluminio empacado, muestreando aproximadamente el 5 % de los contenedores del lote, con un mínimo de cinco y un máximo de 15 contenedores muestreados. Si el lote se forma de menos de cinco contenedores, el procedimiento será idéntico al muestreo a granel.

La muestra se vaciará en tres recipientes herméticos de vidrio o de otro material adecuado, de 160 g aproximadamente, a prueba de humedad y sellados. Cada recipiente estará claramente etiquetado con el nombre del producto, tipo del contenedor muestreado, nombre del productor, datos del muestreo, lugar de producción y muestreo, número de lote y la firma del responsable del muestreo.

Una muestra será utilizada para análisis, las dos muestras restantes quedarán retenidas para efecto de reevaluación.

7 MÉTODOS DE PRUEBA

Todos los reactivos deben ser grado reactivo analítico. El agua reactivo debe presentar una conductancia menor o igual a 5,0 μS ($\mu\Omega^{-1}$ o μmho)

7.1 Determinación tamaño de partícula del sulfato de aluminio granular

Para determinar el tamaño de partícula tomar una muestra de 100 g, y hacerla pasar por malla de 4,75 mm y por malla de 1,70 mm.

7.2 Determinación del material insoluble en agua

7.2.1 Principio

El método se basa en la medición gravimétrica del material retenido en un filtro de una muestra de producto disuelta en agua a temperatura de ebullición.

7.2.2 Procedimiento:

Pesar con exactitud de 0,0001 g de 10 a 40 g de muestra sólida y transferir a un vaso de precipitados, disolver con 100 mL aproximadamente de agua destilada. Someter a ebullición y mantener así hasta que todo el sulfato de aluminio se disuelva.

Filtrar la disolución en un crisol Gooch con filtro de microfibra de vidrio con tamaño de poro nominal de 1,2 µm previamente llevado a peso constante. Lavar el residuo con agua tibia y secar el filtro en la estufa a 105 - 110°C hasta peso constante. Enfriar a temperatura ambiente y pesar. El incremento en peso del crisol es la materia insoluble.

7.2.3 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la cantidad de materia insoluble con la siguiente fórmula y expresar el resultado en por ciento.

$$\% \text{ material insoluble} = \frac{\text{peso del residuo} \cdot 100}{\text{peso de la muestra}}$$

7.3 Determinación de la trióxido de aluminio libre y/o acidez libre como ácido sulfúrico, en el sulfato de aluminio

7.3.1 Principio

Se lleva a cabo la descomposición de las sales de aluminio por un exceso de fluoruro de potasio neutro para formar dos compuestos estables neutros a la fenolftaleína, donde cualquier cantidad de ácido permanece sin alteración.

7.3.2 Reactivos

a) Fenolftaleína al 0,1 % en alcohol.

b) Disolución de fluoruro de potasio. Disolver 1000 g de fluoruro de potasio puro en 1200 mL de agua destilada caliente libre de dióxido de carbono, agregar 0,5 mL de fenolftaleína (inciso anterior) y neutralizar con hidróxido de potasio o ácido sulfúrico, hasta que 1 mL de la disolución en 10 mL de agua destilada (libre de dióxido de carbono) muestre un ligero color rosa. Filtrar cualquier material insoluble y no lavar, diluir a 2000 mL con agua libre de dióxido de carbono. Almacenar en botella de plástico.

c) Ácido sulfúrico 0,5 N e hidróxido de sodio 0,5 N. Titular el álcali contra el ácido en aproximadamente 40 mL de agua destilada agregar 10,0 mL de disolución de fluoruro de potasio (inciso anterior) utilizar fenolftaleína (inciso a) como indicador.

7.3.3 Procedimiento

Pesar con exactitud de 0,0001 g de 2 a 4 g de la muestra sólida y su equivalente en muestra líquida, disolver en 100 mL de agua destilada y calentar a ebullición. Agregar en caliente, 10,0 mL de ácido sulfúrico aproximadamente 0,5 N. Enfriar a temperatura ambiente. Agregar de 18,0 a 20,0 mL de disolución de fluoruro de potasio y 0,5 mL de fenolftaleína. Titular con hidróxido de sodio aproximadamente 0,5 N, gota a gota, hasta que un ligero color rosa pálido persista durante un minuto. La titulación permite saber si la muestra es ácida o alcalina.

7.3.4 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular el valor de los parámetros con la siguiente fórmula y expresar el resultado en por ciento.

$$\% \text{ de alúmina libre como } Al_2O_3 = \frac{[mL \text{ de } H_2SO_4 \cdot N/0,5 - mL \text{ de } NaOH \cdot N/0,5] \cdot 0,0085 \cdot 100}{\text{masa de la muestra}}$$

$$\% \text{ de ácido sulfúrico libre } (H_2SO_4) = \frac{[mL \text{ de } NaOH \cdot N/0,5 - mL \text{ de } H_2SO_4 \cdot N/0,5] \cdot 0,0245 \cdot 100}{\text{masa de la muestra}}$$

7.3.4.1 Interpretación de resultados

Existe alúmina alcalina si la retrotitulación con hidróxido de sodio es menor que la cantidad de ácido sulfúrico agregado (o sea, menor de 10,0 mL). Existe ácido libre si la retrotitulación con hidróxido de sodio es mayor que la cantidad de ácido sulfúrico agregado (o sea, mayor a 10,0 mL). La muestra es neutra si la retrotitulación con hidróxido de sodio es igual al volumen agregado de ácido sulfúrico.

7.4 Determinación de hierro total

7.4.1 Principio

El método consiste en la formación de un complejo colorido que se lee espectrofotométricamente a 475 nm y cuya intensidad de color es directamente proporcional a su concentración.

7.4.2 Reactivos

7.4.2.1 Disoluciones:

7.4.2.1.1 Disolución de tiocianato de potasio (KSCN), al 10 por ciento.

7.4.2.1.2 Ácido sulfúrico, 1:1 por volumen ó 18 N. Mezclar cuidadosamente en un vaso de precipitados de vidrio borosilicato, mientras agita, volúmenes iguales de ácido sulfúrico y agua. Enfriar a temperatura ambiente.

Nota: Siempre adicionar el ácido al agua.

7.4.2.1.3 Permanganato de potasio (KMnO_4), aproximadamente al 1,0 por ciento. Almacenar en frasco de vidrio ámbar. Se puede almacenar por aproximadamente 6 meses.

7.4.2.1.4 Disolución estándar de hierro, de 1,0 mg de Fe /mL.

7.4.2.1.5 Disolución estándar de hierro, de 0,10 mg /mL de Fe. Preparar por dilución del estándar de 1,0 mg / mL de Fe. Incluir 10,0 mL de H_2SO_4 1:1 por litro de disolución estándar.

7.4.3 Aparatos

Espectrofotómetro

7.4.4 Procedimiento

7.4.4.1 Calibración

En un matraz volumétrico de 100 mL, usando una pipeta, adicionar 1,0 mL de disolución estándar de hierro de 0,10 mg de Fe /mL, 50,0 mL de agua, 10,0 mL de ácido sulfúrico 1:1 y permanganato de potasio al 1 por ciento, gota a gota, hasta obtener un color rosa persistente. Adicionar 10,0 mL de tiocianato de potasio al 10 por ciento y diluir con agua hasta la marca. Medir en un espectrofotómetro a 475 nm, dentro de los diez minutos siguientes, contra un blanco analítico.

Preparar la disolución blanco transfiriendo 10,0 mL de la disolución de tiocianato de potasio al 10 por ciento y 10,0 mL de ácido sulfúrico 1:1 en un matraz volumétrico de 100 mL. Diluir a la marca con agua y mezclar.

Repetir utilizando 2,0, 3,0, 4,0, y 5,0 mL de disolución estándar de hierro de 0,10 mg de Fe /mL en sucesivos matraces. Medir cada uno dentro de los diez minutos después de su preparación.

Si el espectrofotómetro no es de lectura directa, graficar absorbancia contra miligramos de hierro en papel milimétrico o graficar por ciento de transmitancia contra miligramos de hierro en papel semilogarítmico. Es preferible reducir a una ecuación la relación de absorbancia o transmitancia con miligramos.

7.4.4.2 Determinación

Medir exactamente lo más cercano a 10 g ($\pm 0,01$ g) del sulfato de aluminio líquido o 5 g ($\pm 0,01$ g) del sulfato de aluminio si es sólido y diluir a 1000 mL. En un matraz volumétrico de 100 mL agregar: 10,0 mL de la disolución de la muestra, 50,0 mL de agua, 10,0 mL de ácido sulfúrico 1:1 y gota a gota de permanganato de potasio al 1 % hasta obtener un color rosa persistente. Enfriar a temperatura ambiente. Agregar 10,0 mL de tiocianato de potasio al 10 % y aforar. Medir en un espectrofotómetro a 475 nm dentro de los 10 minutos siguientes contra un blanco analítico.

Este procedimiento es apropiado para cuantificar hierro en sulfato de aluminio líquido, en el intervalo de 0,1 a 0,7 % de Fe_2O_3 . Si el contenido de hierro sale del intervalo de la curva de calibración se debe ajustar al tamaño de la alícuota; tomar en cuenta esta nueva cantidad de la alícuota. Calcular el contenido del Fe_2O_3 en la muestra.

7.4.5. Cálculos y expresión de los resultados:

Calcular el valor de los parámetros con la siguiente fórmula y expresar el resultado en por ciento:

$$\% \text{ de hierro expresado como } \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{M \cdot V \cdot C \cdot 100}{W \cdot D}$$

Donde:

- M: Miligramos de hierro en 10,0 mL de la disolución muestra.
 V: Volumen total de la disolución de la muestra dividida por la alícuota utilizada.
 $100 = 1000,0 \text{ mL} / 10,0 \text{ mL}$
 C: Factor de conversión: Fe a $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 1.4297$
 W: Masa de la muestra, en gramos.
 D: Factor de conversión de la masa de la muestra de gramos a miligramos
 $= 1000$

7.5 Determinación de Alúmina como material activo en el sulfato de aluminio sólido y/o en disolución

El método descrito se emplea para determinar el contenido de alúmina y alúmina total soluble en muestras, en estado sólido y/o en disolución, de sulfato de aluminio, grados regular y libre de hierro. Esta aplicación esta restringida a muestras en las cuales la relación de por ciento de ácido sulfúrico libre a por ciento de alúmina no exceda en un 0,85.

7.5.1 Principio

Este método se basa en la formación de complejos a alta temperatura, del aluminio presente en las muestras analizadas, por parte de la sal sódica del ácido etilendiamino tetracético (EDTA) agregada en exceso, en presencia de un amortiguador de acetato de amonio/ácido acético y una posterior medición de la sal sódica del EDTA sobrante con sulfato de zinc, usando en ambas reacciones anaranjado de xilenol como indicador.

7.5.2 Reactivos

7.5.2.1 Reactivos

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico, a menos que se indique otro grado.

- a) Agua
- b) Acetato de amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)
- c) Ácido clorhídrico (HCl)
- d) Ácido etilendiamino tetracético, sal de sodio, dihidratada ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- e) Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
- f) Anaranjado de xilenol ($\text{C}_{31}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_{13}\text{S}$)
- g) Azul de hidroxinaftol
- h) Carbonato de calcio (CaCO_3)

- j) Hidróxido de sodio (NaOH)
- k) Sulfato de zinc heptahidratado ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- l) Ácido acético glacial (CH_3COOH)

7.5.2.2 Disoluciones

7.5.2.2.1 Disolución amortiguadora de acetato de amonio/ácido acético
 Disolver 500,0 g de acetato de amonio en 500 mL de agua haciendo uso de un vaso de precipitados de 1 500 mL, agregar 20,0 mL de ácido acético glacial y transferir a un frasco de polietileno.

7.5.2.2.2 Disolución de sal disódica del ácido etilendiamino tetracético dihidratada 0,05 M.

Pesar 18,6 g de sal disódica del ácido etilendiamino tetracético dihidratada en un vaso de precipitados de 250 mL, disolver y vaciar con un embudo a un matraz aforado de 1 000 mL, lavar vaso y embudo con agua y verterla al matraz; completar hasta la marca de aforo.

7.5.2.2.3 Disolución de ácido sulfúrico 1:1

A 25,0 mL de agua agregar cuidadosamente, con agitación constante, 25,0 mL de ácido sulfúrico concentrado. Enfriar y colocar en un frasco con gotero de polietileno o vidrio.

7.5.2.2.4 Disolución de ácido clorhídrico (3 + 10; o 1 + 3.3)

A 20 mL de agua agregar con cuidado y agitación constante, 6,0 mL de ácido clorhídrico concentrado. Colocar en un frasco de polietileno o vidrio.

7.5.2.2.5 Disolución indicadora de anaranjado de xilenol al 0,1 % peso

Disolver 0,1 g de la sal tetrasódica de anaranjado de xilenol en 100 mL de agua. Colocarla en un frasco gotero. Esta Disolución tiene una caducidad aproximada de seis meses.

7.5.2.2.6 Disolución de sulfato de zinc 0,05 M

En un vaso de precipitados de 250 mL pesar 15,0 g de sulfato de zinc heptahidratado, agregar agua y disolver. Con la ayuda de un embudo vaciar el contenido del vaso a un matraz aforado de 1 000 mL, lavar vaso y embudo y verterlo al mismo; completar hasta la marca del aforo con agua. Guardar en un frasco de polietileno.

7.5.2.2.7 Disolución de hidróxido de sodio 40 g/L

En un vaso de precipitados de 250 mL pesar 40,0 g de hidróxido de sodio, agregar agua y disolver. Con la ayuda de un embudo vaciar el contenido del vaso a un matraz aforado de 1 000 mL, lavar vaso y embudo y verterlo al mismo; completar hasta la marca del aforo con agua. Guardar en un frasco de polietileno.

7.5.3 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este procedimiento debe ser al menos clase A.

- a) Buretas de 10, 25 y 50 mL,
- b) Embudo de vidrio para filtración rápida,
- c) Dos frascos de polietileno de 1 000 mL,
- d) Frascos con gotero de polietileno o vidrio, de 60 y 125 mL,

- e) Jeringas desechables para cada muestra líquida por analizar, sin aguja, de al menos 1 mL.
- f) Matraces aforados de 500 y 1 000 mL,
- g) Matraces erlenmeyer de 250 y 500 mL,
- h) Pipeta aforada de 50 mL, calibrada para entregar
- i) Pipeta graduada de 5 y 10 mL
- j) Perlas de ebullición, varillas de vidrio y pinzas para vasos de precipitados,
- k) Probetas graduada de 25, 50, 100 y 500 mL, y
- l) Vasos de precipitados de 100, 150, 250, 400 y 1 500 mL.
- m) Vidrio de reloj

7.5.4 Aparatos e instrumentos

- a) Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

7.5.5 Procedimiento

7.5.5.1 Valoración de la disolución de la sal disódica del EDTA

Pesar en balanza analítica y en un matraz erlenmeyer de 250 mL aproximadamente 200 mg de carbonato de calcio, agregar 10,0 mL de agua y agitar para formar una lechada; adicionar lentamente con una pipeta graduada, 2,0 mL de disolución de ácido clorhídrico (3 + 10), se recomienda utilizar un vidrio de reloj, para cubrir la punta de la pipeta y la boca del matraz erlenmeyer, al término lavar con una pizeta con agua la punta de la pipeta y el vidrio de reloj. A continuación adicionar agua hasta completar a 100 mL. Poner en una bureta de 50 mL la disolución de la sal disódica del EDTA, adicionar 30,0 mL de esta disolución al matraz erlenmeyer que contiene la disolución preparada anteriormente, con una pipeta graduada adicionar 15,0 mL de disolución de hidróxido de sodio 40 g/L, agitar. Adicionar 300 mg de hidroxinaftol, la disolución adquiere una coloración amarilla.

Con la bureta que contiene la disolución de la sal disódica del EDTA, con la que agregamos los 30,0 mL anteriormente indicados, continuar la adición hasta obtener un vire en la disolución al color azul, que indica la finalización de la titulación complejométrica. Determinar la molaridad de la siguiente manera:

$$M = \frac{W}{100,09 \times V}$$

donde:

W = miligramos de CaCO₃ (carbonato de calcio), utilizados

V = mililitros de disolución de la sal disódica del EDTA, consumidos

M = Molaridad determinada en la valoración de la disolución de la sal disódica del EDTA

7.5.5.2 Valoración del sulfato de zinc 0,05 M.

Con una pipeta aforada transferir 25 mL de la disolución de la sal disódica del EDTA a un matraz erlenmeyer de 250 mL, agregar 50 mL de agua, de 24 a 25 mL de disolución amortiguadora de acetato de amonio /ácido acético y de 3 a 4 gotas de la disolución indicadora de anaranjado de xilenol. Titular la disolución de EDTA con la disolución de sulfato de zinc colocada previamente en una bureta de 25 mL hasta un vire definido de color ocre a rojo violáceo. Calcular el factor F de la siguiente manera:

$$F = \frac{\text{mililitros de disolución de la sal disódica del EDTA utilizados}}{\text{mililitros de disolución de sulfato de zinc utilizados}}$$

7.5.5.3 Preparación de la muestra de sulfato de aluminio y determinación de Alúmina

En un matraz erlenmeyer de 500 mL o en un vaso de precipitados de 400 mL agregar 50 mL de agua.

Pesar con exactitud cerca de 0,7 g de sólido o tomar una jeringa desechable y llenar hasta la marca de un centímetro cúbico con la muestra por analizar. Limpiar la punta de la jeringa con un paño o papel suave y pesarla. Registrar el peso de la jeringa con muestra como P1.

Transferir con sumo cuidado el contenido de la jeringa al matraz o vaso de precipitados, según lo que se haya decidido usar, evitar en lo posible la pérdida de muestra. Volver a pesar la jeringa y registrar este segundo peso como P2. Obtener el peso de la muestra por diferencia de P1 – P2.

Agregar dos gotas de disolución de ácido sulfúrico 1:1 y mezclar. Con pipeta aforada adicionar 50,0 mL de la disolución de sal disódica del EDTA 0,05 M, agregar 25,0 mL de la disolución amortiguadora de acetato de amonio/ácido acético, agitar suavemente para homogeneizar y agregar unas perlas de ebullición. Calentar el contenido del recipiente hasta ebullición en una placa de calentamiento y dejar de 2 a 3 minutos con ebullición constante, cuidando que no exista pérdida de muestra por proyección de la misma.

Transcurrido el tiempo de ebullición retirar del calentamiento el recipiente y enfriar a temperatura ambiente, agregar de 3 a 4 gotas de la disolución indicadora de anaranjado de xilenol y titular el exceso de sal disódica del EDTA con la disolución de sulfato de zinc 0,05 M, previamente colocada en una bureta de 25 mL, hasta obtener un vire definido de color ocre a rojo violáceo, al término de la reacción complejométrica.

7.5.6 Cálculos

Calcular el valor de los parámetros con la siguiente fórmula y expresar el resultado en por ciento.

$$\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ y Fe}_{\text{total}} \text{ expresado como Al}_2\text{O}_3 = \frac{[V_1 - V_2 \times F] M \times 5,098}{\text{pm}}$$

donde:

V_1 = mililitros de disolución de la sal disódica del EDTA,
 V_2 = mililitros de disolución de sulfato de zinc,
 M = Molaridad de la disolución de la sal disódica del EDTA,
 F = Factor F obtenido en 8.1.2, y
 pm = Peso de la muestra titulada en gramos.

y

$$\% \text{ Al}_2\text{O}_3 = (\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ y Fe}_{\text{total}} \text{ como Al}_2\text{O}_3) - (\% \text{ Fe}_{\text{total}} \text{ como Fe}_2\text{O}_3 \times 0.6385)$$

donde:

$\% Fe_{total} =$ valor obtenido mediante la metodología de hierro total soluble en la muestra problema

El % de aluminio se determina mediante la relación de masas moleculares de la alúmina y el aluminio.

7.5.7 Interferencias

El hierro presente en las muestras problema va a interferir ya que también se va a titular por lo que será necesario realizar la corrección pertinente.

7.6 Determinación de sustancias tóxicas

Se determinarán mediante los procedimientos de la Norma Mexicana NMX-AA-051-SCFI-2001- Análisis de Agua – “Determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas - método de prueba”.

Para análisis de Hg y As se emplea el método de vapor frío y generador de hidruros respectivamente de acuerdo a la norma NMX-AA-051 - SCFI-2001.

El resto de los elementos se analizará por quelación y extracción con metil isobutil cetona (MBIK), como lo indica la norma anteriormente mencionada

8 MEDIDAS DE SEGURIDAD

Se deberá cumplir con los aspectos de:

Hoja de datos de seguridad,
Requerimientos para su distribución, almacenaje, manejo y utilización,
Emergencias,
Inclusión de datos toxicológicos;

De acuerdo a las las Normas Oficiales Mexicanas de seguridad e higiene: NOM-004-STPS, NOM-010-STPS, NOM-017-STPS, NOM-018-STPS.

9 EVALUACION DE LA CONFORMIDAD

Para la evaluación de la conformidad del producto con la presente norma se deben incluir en el procedimiento correspondiente al menos los siguientes aspectos:

- En el caso de ser efectuada la evaluación de la conformidad por un organismo de certificación, éste deberá estar debidamente acreditado en esta norma de producto.
- Evaluación del sistema de control de calidad, sistema de administración o gestión de la calidad en la fábrica, en donde elaboran el producto
- Ensayos de muestras puntuales obtenidas por el organismo de certificación acreditado de conformidad con lo dispuesto en esta norma, estos ensayos se

efectuarán en un laboratorio acreditado en las normas de los métodos de prueba aplicables.

- El muestreo se efectuará de conformidad con lo dispuesto en el capítulo 6 de esta norma.
- Los ensayos se efectuarán con los métodos de prueba que se indican en el capítulo 7 de esta norma.

10. MARCADO, ETIQUETADO Y ENVASE

10.1. Producto envasado

Cuando el sulfato de aluminio se entrega en sacos debe indicar en forma clara e indeleble los datos siguientes, cumpliendo con lo dispuesto en las normas: NOM-030-SCFI, NOM-050-SCFI.

- Nombre o denominación genérica del producto
- Denominación o razón social
- Domicilio fiscal
- Leyenda "HECHO EN MÉXICO" o el nombre del País de origen.
- Marca registrada
- Indicación de cantidad en kilogramos o en toneladas.
- Nombre y/o ubicación de la planta productora
- Designación normalizada

10.2. Producto a granel

Cuando el sulfato de aluminio se entrega en un envase de cualquier naturaleza y cuyo contenido puede ser variable, se debe incorporar en la factura o remisión la siguiente información, cumpliendo con lo dispuesto en la norma NOM-030-SCFI.

- Nombre o denominación genérica del producto
 - Denominación o razón social
 - Domicilio fiscal
 - Leyenda "HECHO EN MÉXICO" o el nombre del País de origen.
 - Marca registrada
 - Indicación de cantidad en kilogramos o en toneladas.
 - Nombre y/o ubicación de la planta productora
- Designación normalizada

Se debe cumplir con las características de las etiquetas que deben portar todos los envases y embalajes establecidos por la NOM-003-SCT.

11 BIBLIOGRAFÍA

ANSI/AWWA B403-98. AWWA Standard for Aluminum sulfate – liquid, ground, or lump. American National Standard, American Water Works Association, Denver Colorado, U.S.A.

Hazardous Chemicals Data Book. Editado por G. Weiss. Noyes Data Corporation. Park Ridge, New Jersey, U. S. A., 1980.

NMX-Z-13-1977, Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas oficiales mexicanas.

European Standard EN 878:1997. Chemicals used for treatment of water intended for human consumption - Aluminum sulfate.

Norma Española UNE-EN 878:1997. Productos químicos utilizados en el tratamiento del agua destinada al consumo humano- Sulfato de aluminio.

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, 20th edition, , Washington, DC, 1998.

The Merck Index, an encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals. 13th. edition. MERCK & Co., Inc. Rahway, N. J., U. S. A., 2001.

12. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no tiene equivalente con alguna norma internacional, al momento de su realización.

MÉXICO D.F., A

**MIGUEL AGUILAR ROMO
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**