

PROY-NMX-AA-123-SCFI-2005

**POTABILIZACIÓN DEL AGUA PARA USO Y CONSUMO
HUMANO - ÓXIDO E HIDRÓXIDO DE CALCIO -
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN
COMSUMPTION-QUICKLIME AND HYDRATED LIME -
SPECIFICATIONS AND TEST METHODS**

P R E F A C I O

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

COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA

SECRETARÍA DE SALUD, COMISIÓN FEDERAL PARA LA PROTECCIÓN CONTRA RIESGOS SANITARIOS, COMISIÓN DE EVIDENCIA Y MANEJO DE RIESGOS

SECRETARÍA DE SALUD, COMISIÓN FEDERAL PARA LA PROTECCIÓN CONTRA RIESGOS SANITARIOS, COMISIÓN DE CONTROL ANALÍTICO Y AMPLIACIÓN DE COVERTURA

SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO, ORGANISMO PÚBLICO DESCENTRALIZADO, 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

BUFETE QUÍMICO S.A. DE C.V.

ASOCIACIÓN NACIONAL DE FABRICANTES DE CAL

GRUPO CALIDRA, S.A. DE C.V.

CALERAS BERTRÁN, S.A. DE C.V.

CALERAS DE JIUTEPEC, S.A. DE C.V.

INCALPA, S.A. DE C.V.

GRUPO CALÍDER, 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
ÓXIDO E HIDRÓXIDO DE CALCIO
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN CONSUMPTION-
QUICKLIME AND HYDRATED LIME -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 óxido e hidróxido de calcio 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:

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:

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.

cal hidratada: es el hidróxido de calcio

cal viva: óxido de calcio

contenedor: envase o recipiente

disolución madre: es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

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.

hidróxido de calcio: producto obtenido por la acción del agua sobre el óxido de calcio. Cal hidratada o cal apagada; de fórmula química $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

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.

m+n: proporciones en una mezcla donde m partes de un reactivo se mezclan con n partes de agua

óxido de calcio: producto obtenido de la calcinación de la piedra caliza; de fórmula química CaO .

porcentaje: relación de una parte de soluto por cada 100 partes de solvente que puede expresarse en:

- **m/m:** relación masa sobre masa

- **v/v:** relación volumen sobre volumen
- **m/v:** relación masa sobre volumen

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, en general depende directamente de la temperatura e inversamente de la presión.

tarar: Efecto de restar o eliminar la masa del recipiente, que contiene la muestra, de la masa total.

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

4.1 Nombre químico

- a) Óxido de calcio (II).
- b) Hidróxido de calcio (II).

4.2 Sinónimos

- a) Cal viva, Cal.
- b) Cal hidratada o cal apagada.

4.3 Fórmula química

- a) CaO
- b) Ca(OH)₂

4.4 Fórmula química desarrollada

- a) Ca = O
- b) HO - Ca - OH

4.5 Masa molecular

- a) 56 g/mol
- b) 74 g/mol

4.6 Número de registro del CAS

- a) 1305-78-8
- b) 1305-62-0

4.7 Designación numérica de las Naciones Unidas

- a) 9.0/1910
- b) no designado

4.8 Propiedades físicas

4.8.1 Densidad aparente

Sólido:

a) CaO 881-961 kg/m³

b) Ca (OH)₂ 481-641 kg/m³

4.8.2 Solubilidad en agua

a) Reacciona violentamente con agua, formando hidróxido de calcio

b) Ligeramente soluble en agua

4.9 Propiedades químicas

En ambos casos las disoluciones resultantes son altamente alcalinas.

5 ESPECIFICACIONES

5.1 Apariencia

a) Debe ser en forma de terrones, gránulos o polvo fino, de color blanco.

b) Debe ser polvo fino blanco y seco, libre de terrones.

5.2 Pureza del óxido e hidróxido de calcio

a) El producto no debe contener menos del 90 % (m/m) de óxido de calcio.

b) El producto no debe contener menos del 90 % (m/m) de hidróxido de calcio.

Los métodos de prueba para determinar la pureza del óxido e hidróxido de calcio se encuentran descritos en esta norma en los puntos 7.1 y 7.2.

5.3 Impurezas

Los productos deben cumplir con las especificaciones de la Tabla 1. Los métodos de prueba para determinar dichas especificaciones están señalados en la misma Tabla y se encuentran descritos más adelante en esta norma.

Tabla 1 Impurezas en CaO y Ca(OH)₂

Impureza	Límite máximo % m/m	Método de prueba
Óxido de magnesio, MgO	2	7.5
Óxidos de hierro y aluminio	1	7.4
Dióxido de silicio y material insoluble en agua	5	7.3
Humedad libre	2	7.6

5.4 Sustancias tóxicas

Los productos deben cumplir con las especificaciones de la Tabla 2. Los métodos de prueba para determinar las sustancias tóxicas están señalados en la misma Tabla y se encuentran descritos más adelante en esta norma.

Tabla 2 Sustancias tóxicas en CaO y Ca(OH)₂

Parámetro	Límite máximo mg/kg de óxido e hidróxido de calcio al 90 %	Método de prueba
Arsénico	6	7.7
Bario	175	7.7
Cadmio	2	7.7
Cobre	500	7.7
Cromo Total	10	7.7
Manganeso	50	7.7
Mercurio	0,3	7.7
Plomo	8	7.7
Zinc	1250	7.7

5.5 Impurezas en general

Los productos no deben contener sustancias que deterioren la salud de los consumidores del agua tratada adecuadamente con los productos.

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 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, o durante el llenado en cinco diferentes momentos, espaciados proporcionalmente. Combinar las muestras individuales, mezclar totalmente 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 de sello hermético. 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.

6.2 Muestreo de empaques

Se deberá obtener una mezcla compuesta de los lotes de óxido e hidróxido de calcio 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 de sello hermético. 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 de óxido de calcio disponible

7.1.1 Principio

El contenido disponible de óxido de calcio en cal viva y en cal hidratada es el correspondiente al volumen añadido de una disolución valorada de ácido clorhídrico. La presencia de azúcar favorece la solubilidad del CaO. Este método determina indistintamente CaO y Ca(OH)_2 , por lo que el cálculo de pureza para CaO, no considera la presencia de Ca(OH)_2 en la muestra por analizar.

7.1.2 Reactivos

Ácido clorhídrico 35% de pureza
Disolución de ácido clorhídrico 1,0000 N
Disolución de sacarosa 40 % (m/v)
Disolución de indicador de fenolftaleína al 4 % (m/v).
Agua reactivo

7.1.3 Material

Baño de agua fría
Barras magnéticas 1 o 2 cm
Matraz aforado (2 pzas) de 1 L
Matraz erlenmeyer de 250 y 500 mL
Vidrio de reloj
Bureta graduada 50 y 100 mL
Pipeta graduada 50 y 100 mL
Pizeta 250 mL
Probeta de 100 mL
Gotero

7.1.4 Aparatos e instrumentos

Parrilla de calentamiento con agitador magnético

Balanza analítica, con precisión de 0,0001g

7.1.5 Preparación de disoluciones

Ácido clorhídrico 1,0000 N

Para preparar 1 L de disolución, colocar 88 mL de ácido clorhídrico concentrado (35% de pureza) en un matraz de 1 L, añadir agua destilada libre de dióxido de carbono. El ácido clorhídrico preparado se normaliza con carbonato de sodio o hidroximetilamino-metanol, empleando como indicador fenolftaleína. Una muestra de aproximadamente 1,325 g de Na_2CO_3 consume 25 mL de ácido clorhídrico (caducidad 30 días) .

Disolución de sacarosa

Colocar aproximadamente 16 g de azúcar de caña en un vaso de precipitado de 250 mL que contiene 50 mL agua destilada; se agita hasta disolver completamente el azúcar.

Agregar tres gotas de indicador de fenolftaleína y posteriormente añadir, gota a gota, una disolución de NaOH 0,1000 N manteniendo la agitación y hasta que un color rosa pálido persiste.

Esta disolución debe prepararse un poco antes de llevar a acabo la prueba de CaO y tiene caducidad de dos días.

Disolución de indicador de fenolftaleína al 4 % (m/v)

Colocar aproximadamente 4 g de fenolftaleína en 100 mL de etanol al 95 % (v/v), se guarda en frasco ámbar y tiene caducidad de 3 meses.

Disolución hidróxido de sodio 0,1000 N

Disolver 4g de NaOH en 1 L agua reactivo destilada libre de CO_2 (caducidad 30 días).

Agua reactivo

El agua reactivo a utilizar durante la prueba debe estar libre de dióxido de carbono, para ello es necesario hervir el agua durante 5 minutos. Si se desea almacenar el agua es conveniente tapar perfectamente el recipiente un poco antes de alcanzar la temperatura ambiental y asegurarse de que el recipiente selle herméticamente.

7.1.6 Procedimiento

Pesar una muestra de 100 g mínimo, pulverizarla hasta que pase por la malla No. 50.

Pesar aproximadamente $0,8000 \pm 0,0001$ g de la muestra pulverizada en un matraz erlenmeyer que contiene 50 mL de agua. Tapar el matraz inmediatamente (el agua es necesaria para facilitar la posterior dispersión de la muestra en la disolución de azúcar utilizada más adelante). La mezcla se calienta ligeramente durante 5 minutos.

Destapar el matraz y agregar 50 mL de la disolución de sacarosa, tapar el matraz nuevamente, agitarlo y calentar hasta ebullición. Mantener la mezcla en ebullición durante 1 minuto y dejar reposar 15 minutos más. El tiempo de reposo no debe ser menor a 10 minutos ni mayor a 20, agitando en intervalos de 5 minutos. Colocar la mezcla en un baño de agua fría hasta que regrese a temperatura ambiente, manteniéndola tapada. Al término del tiempo, quitar la tapa y agregar de cuatro a cinco gotas de disolución de fenolftaleína, lavar la tapa y las paredes del matraz con agua, finalmente titular con la disolución de ácido clorhídrico 1,0000 N.

7.1.7 Cálculos y expresión de los resultados

$$\% \text{ de CaO} = [(V \times N \times 0,0280) / P] \times 100$$

Donde:

V = Volumen del ácido clorhídrico requerido para la titulación de la muestra, en mL.
 N = Normalidad del ácido clorhídrico.
 P = Masa de la muestra en gramos.
 0,0280 = miliequivalente del CaO.

7.2 Determinación de hidróxido de calcio en cal hidratada

7.2.1 Principio

Es una adaptación de la prueba para determinar hidróxido de calcio en bajas concentraciones. La muestra es disuelta en agua y titulada con ácido clorhídrico valorado en presencia de fenolftaleína, hasta el punto final. Este método determina indistintamente CaO y Ca(OH)₂, por lo que el cálculo de pureza para Ca(OH)₂, no considera la presencia de CaO en la muestra por analizar.

7.2.2 Reactivos

- a) Ácido clorhídrico 1,0000 N
- b) Disolución de indicador de fenolftaleína al 4 % (m/v)

7.2.3 Material

Matraz erlenmeyer de 250 mL
 Probeta de 100 mL
 Gotero
 Bureta de 50 mL

7.2.4 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001 g

7.2.5 Procedimiento

Pesar aproximadamente 1,0000 ± 0,1000 gramo de la muestra y disolver en 25 mL de agua. Enfriar si es necesario, agregar una gota de fenolftaleína y titular con ácido clorhídrico 1,0000 N hasta que el color rojo casi desaparezca (alrededor de 25 mL de ácido clorhídrico añadido).

7.2.6 Cálculos y expresión de los resultados:

Calcular la cantidad de hidróxido de calcio con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento.

$$\% \text{ de Ca(OH)}_2 = [(V \times N \times 0,0370) / P] \times 100$$

Donde:

V = Volumen del ácido clorhídrico requerido para la titulación de la muestra, en mL.
 N = Normalidad del ácido clorhídrico.
 P = Masa de la muestra en gramos.

0,0370 = miliequivalente del $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

7.3 Determinación de material insoluble en agua (incluyendo dióxido de silicio) presente en cal viva o cal hidratada

7.3.1 Principio

La muestra es descompuesta por la acción de los ácidos nítrico y perclórico, hasta aparición de humos y la completa deshidratación de la sílica. El residuo (material insoluble incluye sílica) es filtrado y lavado hasta estar libre de ácido y sales. El papel filtro y el residuo son quemados a alta temperatura, hasta obtener sus cenizas blancas, entonces se determina su masa.

7.3.2 Reactivos

Agua
Ácido nítrico concentrado
Ácido perclórico concentrado

7.3.3 Materiales

Matraz erlenmeyer de 250 mL
Pipeta graduada de 10 mL
Probeta graduada de 100 mL
Desecador
Crisol de platino
Papel filtro con % de cenizas conocido

7.3.4 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001 g
Estufa con control de temperatura ajustable de 100 – 110 °C.
Mufla con control de temperatura ajustable de 100 – 1000 °C

7.3.5 Procedimiento

Nota: Extremar precauciones con el ácido perclórico. Puede causar explosiones. No hacer reaccionar el ácido perclórico caliente con materia orgánica. Cualquier cantidad de materia orgánica en la muestra, debe primeramente ser destruida con ácido nítrico concentrado.

Medir 0,5000 g de la muestra (cal viva o cal hidratada) transferir a un matraz erlenmeyer de 250 mL, adicionar aproximadamente 5 mL de agua y 10 mL de ácido nítrico concentrado. Agregar 20 mL de ácido perclórico concentrado y hervir hasta la aparición de humos blancos. Si la disolución se oscurece en este punto, agregar unos cuantos centímetros cúbicos de ácido nítrico hasta que la mezcla se aclare. Calentar nuevamente hasta la aparición de humos.

Con el vaso cubierto, hervir suavemente durante 15 minutos, hasta completa deshidratación de la sílica. No dejar que el contenido se solidifique o se seque, si esto sucede, agregar más ácido perclórico y repetir la deshidratación.

Enfriar y agregar 50 mL de agua, calentar a ebullición y filtrar inmediatamente. Lavar el papel y el residuo al menos 15 veces con agua caliente. Probar con papel pH hasta

que los lavados estén libres de ácido (El filtrado puede ser empleado para determinación de los óxidos combinados).

Colocar el papel filtro con su contenido en un crisol de platino o porcelana tarado, calentar suavemente a baja flama hasta que el papel se tueste sin incendiarse o queme en mufla eléctrica a temperatura entre 300 - 400 °C. Lentamente, aumentar la temperatura hasta que el carbón se ha quemado y finalmente quemar a 1000 °C durante 30 minutos. Enfriar en desecador y determinar su masa como materia insoluble.

7.3.6 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la cantidad de material insoluble con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento:

$$\% \text{ de material insoluble incluyendo dióxido de silicio (SiO}_2\text{)} = (A / B) 100$$

Donde:

A = Masa del residuo quemado, en gramos, considerar el % de cenizas del papel filtro empleado

B = Masa inicial de la muestra, en gramos.

7.4 Determinación de óxidos de aluminio (Al) e hierro (Fe)

En la práctica, los óxidos combinados presentes en cal viva son reportados como grupo, ya que no siempre es necesario conocer las cantidades de los óxidos de los metales por separado. El grupo de óxidos de metales consiste principalmente de los óxidos de hierro y aluminio, y en pequeñas cantidades: el dióxido de titanio (TiO₂), el pentóxido de fósforo (P₂O₅) y el óxido de manganeso (Mn₃O₄).

7.4.1 Principio

El material es digerido en un recipiente semicerrado dentro de un autoclave o microondas y diluido a un volumen conocido. Posteriormente la determinación será por absorción atómica con base en la Norma Mexicana de Análisis de Agua NMX-AA-051-SCFI-2001- referenciada en el capítulo 3.

7.4.2 Reactivos

Ácido clorhídrico 35% de pureza, mínimo

Ácido sulfúrico 98,3 % de pureza

Ácido nítrico 64,6 % de pureza

Hidróxido de sodio (NaOH) o peróxido de sodio (Na₂O₂)

Peróxido de hidrógeno al 10 % (m/v)

7.4.3 Materiales

Matraz volumétrico de 25 mL

Crisol de platino o zirconio

Pipeta graduada de 10 mL

Desecador

Papel filtro

7.4.4 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001 g
Horno de microondas o autoclave

7.4.5 Preparación de las muestras

Preparación de la muestra para determinación de Fe

Digerir 1,0000 g de muestra con 10 mL de ácido sulfúrico y 5 mL de ácido nítrico en un horno cubierto. Hervir hasta que la disolución se clarifique y se desprendan humos de trióxido de azufre. Destapar y evaporar hasta que queden aproximadamente 2 mL de muestra. En caso de existir precipitación de materia carbonatada agregar otro mL de ácido nítrico y calentar nuevamente hasta la aparición de humos. Enfriar, transferir a un matraz volumétrico de 25 mL y llevar a aforo con agua destilada. Preparar una disolución analítica diluyendo 2 mL a 10 mL.

Preparación de la curva de calibración

Referir a las condiciones estándar del hierro, prepare curva de calibración con 0,2,4,6,8 mg/L de Fe en ácido sulfúrico al 2 %.(m/v).

Preparación de la muestra para determinación de Al

Fundir 0,5000 g de muestra con 2 g de NaOH o Na₂O₂ en crisol de platino o zirconio. Enfríe la mezcla fundida y disuelva en 100 mL de agua tibia, agregar lentamente 15 mL de ácido clorhídrico para acidificar. Adicionar 5 mL de peróxido de hidrógeno (H₂O₂) al 10 % (m/v) y calentar lentamente hasta 60 °C, diluir con agua a 250 mL.

En caso de utilizar crisol de platino, no sobrepasar la temperatura donde se alcanza el rojo vivo. Es adecuada la fusión durante aproximadamente 3 minutos.

Preparación de la curva de calibración

Referirse al aluminio a condiciones normales. Prepare la curva de calibración con 0, 20, 30, 40 mg/L de Al. Las soluciones estándar deben contener los mismos reactivos y la mayoría de los elementos de la matriz como la disolución muestra con aproximadamente la misma concentración.

7.4.6 Procedimiento

Las concentraciones 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”.

7.4.7 Cálculos y expresión de los resultados

Para Fe

$$\%Fe = \frac{c * V * d * 100}{m * 1000}$$

Donde:

m = Masa de la muestra empleada, en g

c = Concentración, de Fe o Al en la porción prueba determinado en la gráfica de calibración, en mg/L

V = Volumen en litros de la disolución preparada antes de la dilución (0,025 L).

d = Factor de corrección por dilución (10/2).

Para Aluminio

$$\%Al = \frac{c * V * 100}{m * 1000}$$

Donde:

m = Masa de la muestra empleada, en g

c = Concentración, de Fe o Al en la porción prueba determinado en la gráfica de calibración, en mg/L

V = Volumen final en litros de la disolución preparada

7.5 Determinación de óxido de magnesio

El contenido de óxido de magnesio (MgO) en cal es muy variable, puede estar presente de unas cuantas décimas hasta en un 2 % (m/m); como en el caso de la piedra caliza con alto contenido de calcio, o como en la dolomita, donde se llega a encontrar hasta en un 22 % (m/m).

7.5.1 Principio

El calcio y el magnesio son determinados por la titulación con EDTA (ácido etilendiaminotetracético), después de la separación del sílice y del grupo hidróxido de amonio durante un análisis de rutina de CaO y Ca(OH)₂. Los ensayos también pueden realizarse después de una descomposición directa con ácido clorhídrico, seguida por eliminación del sílice e insolubles.

7.5.2 Reactivos

Cloruro de amonio (NH₄Cl)

Carbonato de calcio estándar grado reactivo analítico o magnesio metálico

Trietanolamina (2,2',2" Nitrilotrietanol, C₆H₁₅NO₃, 99 % de pureza)

Acido clorhídrico concentrado (HCl) 35 % de pureza

Disolución de la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético o EDTA (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈·2H₂O)

al 0,4% (m/v).

Disolución de hidróxido de potasio KOH 1,0 N

Hidróxido de amonio (NH₄OH) al 30% de pureza

Disolución reguladora amoniacal (NH₃/NH₄Cl) pH 10,5

Disolución de ácido clorhídrico (HCl) 50% (v/v)
 Disolución ácido clorhídrico (HCl) 10 % (v/v),
 Disolución trietanolamina (2,2',2" Nitrilotrietanol, $C_6H_{15}NO_3$) disolución 33% (v/v)
 Disolución estandarizada de calcio (1,0 mg de CaO/mL) o 0,1 % (m/v)
 Disolución estandarizada de magnesio (1,0 mg de MgO/mL) o 0,1 % (m/v)
 Azul de hidroxinaftol (Indicador de calcio), sal disódica del ácido 1-(2-naftol azo-3,6 disulfónico) 2 naftol-4-sulfónico; polvo
 Calmagita (Indicador de magnesio + calcio), ácido 1-(hidroxil-4-metil-2-fenilazo)-2 naftol-4-sulfónico; polvo.

7.5.3 Material

Agitador magnético	
Embudo de vidrio	
Barras magnéticas	1 ó 2 cm
Bureta graduada	100 mL
Probeta	50 y 100 mL
Espatula (2 pzas)	manejo en mg (indicadores)
Frasco de vidrio con tapa (2 pzas)	1 ó 2 L
Frasco de vidrio con tapa con gotero	100 ó 200 mL
Pipeta Graduada (2 pzas)	100 mL
Pipeta Graduada (3 pzas)	50 mL
Vaso de precipitado	100 mL
Matraz Erlenmeyer (2 pzas)	500 mL
Matraz Erlenmeyer (2 pzas)	250 mL
Vaso de precipitado (2 pzas)	250 mL
Matraz volumetrico (2 pzas)	250 mL
Pizeta	50 ó 100 mL
Papel filtro (sin cenizas)	20 – 25 μ m
Perilla	

7.5.4 Aparatos e instrumentos

Parrilla o mechero Plancha caliente Eléctrica o gas
 Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

7.5.5 Preparación de disoluciones

Disolución de la sal disódica del ácido etiléndiaminotetracético o EDTA ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) al 0,4% (m/v)
 Disolver 4,0 g de la sal disódica del ácido etilén diamino tetraacético en un matraz volumétrico de un litro y llevar al volumen con agua destilada.

Disolución de hidróxido de potasio KOH (1,0000 N)
 Disolver 56,0 g de hidróxido de potasio en un matraz volumétrico de un litro y llevar al volumen con agua destilada.

Disolución reguladora amoniaca (NH_3/NH_4Cl) pH 10,5
 Disolver 67,5 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) en 300 mL de agua destilada, añadir 570 mL de hidróxido de amonio (NH_4OH) al 30% de pureza y diluir a un litro con agua destilada.

Disolución de ácido clorhídrico (HCl) (50% ó 1+1 v/v)
 Diluir un volumen de ácido clorhídrico concentrado (Densidad de 1,19 g/mL) con un volumen de agua destilada.

Disolución ácido clorhídrico (HCl) (10 % ó 1+9 v/v),
Diluir un volumen de ácido clorhídrico concentrado (Densidad de 1,19 g/mL) con nueve volúmenes iguales de agua destilada.

Disolución trietanolamina (2,2',2" Nitrilotrietanol, $C_6H_{15}NO_3$) disolución (33 % v/v)
Diluir un volumen de trietanolamina con 99% de pureza en dos volúmenes de agua.

Disolución estandarizada de calcio
Pesar 1,785 g de carbonato de calcio grado reactivo analítico, disolver en HCl 10% (v/v) y diluir a un litro con agua destilada (La cantidad utilizada de ácido es la mínima requerida para lograr disolver el $CaCO_3$, se recomienda iniciar con 5 mL).

Disolución estandarizada de magnesio
Disolver 0,603 g de magnesio metálico con HCl concentrado y diluir a un litro con agua destilada (La cantidad utilizada de ácido es la mínima requerida para lograr disolver el Mg, se recomienda iniciar con 2 mL).

Nota: Todas las disoluciones tienen 30 días antes de su caducidad.

Valoración de la concentración de la disolución de EDTA

Colocar en un matraz erlenmeyer 250 mL; 10 mL de la solución estándar de calcio o magnesio (de preferencia de calcio) y 100 mL de agua destilada.

Para prevenir la precipitación de calcio, adicionar 10 mL de solución EDTA 0,4%
Ajustar el pH de la solución entre 12-12,5 con aproximadamente 15 mL de KOH 1 N y agitar

Adicionar 0,2-0,3 mg de indicador de azul hidroxinaftol

Titular con solución de EDTA 0,4 % hasta vire a color azul claro

Titular un total de 3 alícuotas y tomar un promedio para el cálculo de C_{EDTA} .

Para calcio:

$$C_{EDTA} = 10 \text{ mL } (0,01784 \text{ mmol mL}^{-1}) / V_{EDTA}$$

Para magnesio:

$$C_{EDTA} = 10 \text{ mL } (0,02480 \text{ mmol mL}^{-1}) / V_{EDTA}$$

V_{EDTA} = Volumen promedio en mL de EDTA utilizado en la valoración

0,01784 = Molaridad del estándar de calcio

0,02480 = Molaridad del estándar de magnesio

7.5.6 Procedimiento

Preparación de la muestra

Pesar 0,5 g de muestra seca, pulverizada y tamizada con malla 50.

Pasarla a un matraz Erlenmeyer de 250 mL y añadir 10 mL de ácido clorhídrico 50 % (v/v).

Calentar y evaporar cuidadosamente hasta sequedad, retirar el matraz y dejar enfriar a

temperatura ambiente.

Disolver el residuo con 25 mL de ácido clorhídrico 10 % (v/v), diluir a 100 mL con agua destilada.

Calentar a ebullición suave, aproximadamente durante 15 min y enfriar a temperatura ambiente. Filtrar la disolución y pasarla a un matraz volumétrico de 250 mL y llevar al volumen con agua destilada. Agitar para asegurar que la disolución sea homogénea (disolución I).

Determinación de óxido de calcio

De la disolución I, tomar una alícuota de 20 mL y transferirla a un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Diluir a aproximadamente 150 mL con agua destilada, ajustar el pH a 12 a 12,5, con aproximadamente 30 mL de la disolución de hidróxido de potasio 1,0 N y agitar [para prevenir la precipitación del hidróxido de calcio se puede adicionar aproximadamente 20 mL de EDTA, añadir de 2 a 3 mg del indicador azul de hidroxinaftol y titular con la disolución de EDTA hasta que una gota provoque el vire de color rojo a azul claro que es el punto final, tomar la lectura (V_{Ca}).

Determinación de óxido de magnesio

De la disolución I, tomar una alícuota de 20 mL y transferirla a un matraz Erlenmeyer de 500 mL, diluir a aproximadamente 100 mL con agua destilada. Ajustar el pH a 10 con aproximadamente 20 mL de la disolución reguladora amoniacal y agitar, en caso de existir interferencias será necesario adicionar 10 mL de disolución de trietanolamina 33 % (v/v); añadir aproximadamente 4 mg del indicador calmagita. Titular con la disolución de EDTA agregando aproximadamente el volumen gastado de disolución equivalente a la titulación de calcio y continuar la titulación poco a poco hasta que una última gota adicionada dé el vire de color rojo al azul, tomar la lectura (V_{Ca-Mg}).

7.5.7 Cálculos y expresión de resultados

Para determinar la concentración de calcio y magnesio se utilizan las siguientes ecuaciones:

7.5.7 1 Calcio

$$\% \text{ CaO} = \frac{V_{Ca} \times C_{EDTA}}{m} \times 70$$

Donde:

V_{Ca} = Volumen gastado de EDTA en la titulación, en mL

C_{EDTA} = Valor de la concentración molar de la disolución de EDTA

m = Masa de la muestra en gramos

70 = Factor de conversión de mol a gramos de óxido de calcio

7.5.7 2 Magnesio

$$V_{EDTA \text{ equiv}} = V_{Ca-Mg} - V_{Ca}$$

Donde:

$V_{\text{EDTA equiv}}$ = Volumen equivalente de EDTA a MgO, en mL

$V_{\text{Ca-Mg}}$ = Volumen de EDTA empleado en la titulación de Ca y Mg, en mL

V_{Ca} = Volumen de EDTA empleado en la titulación de Ca, en mL

$$\% \text{ MgO} = \frac{V_{\text{EDTA equiv}} \times C_{\text{EDTA}}}{m} \times 50,4$$

Donde:

C_{EDTA} = Valor de la concentración molar de la disolución de EDTA

m = Masa de la muestra en gramos

50,4 = Factor de conversión de mol a gramos de óxido de magnesio

7.6 Determinación de la humedad libre en la cal hidratada

La humedad libre de la cal hidratada es la cantidad de agua que es liberada de la muestra a una temperatura entre 110 y 150 °C. Esta humedad no es la debida al hidroxilo, que está químicamente enlazado a la cal y que no puede ser liberado sino a altas temperaturas.

7.6.1 Principio

La humedad libre en la cal hidratada es determinada al hacer pasar un flujo lento de aire libre de dióxido de carbono sobre la muestra, durante el proceso de secado a 110-150 °C.

7.6.2 Reactivos

No aplica

7.6.3 Materiales

Pesafiltro

Desecador

7.6.4 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001g

Estufa equipada con sistema de flujo de aire seco libre de CO₂

7.6.5 Procedimiento

Medir de 2.5 a 3,0 g de muestra en un pesafiltro tarado. Colocar el pesafiltro abierto dentro de la estufa de secado con sistema de válvulas para flujo de aire seco a través de vacío. Secar la muestra a 110-150 °C durante una hora con flujo de aire seco, libre de dióxido de carbono (CO₂).

El aire seco, libre de dióxido de carbono (CO₂), puede ser obtenido al hacer pasar una corriente de aire a través de una torre de carbonato de sodio (previamente secado o de grado anhidro) subsecuentemente es burbujeado en una disolución acuosa de cal (para mostrar cuando la torre de carbonato de sodio se sature) y después burbujeado en un desecador de ácido sulfúrico. Finalmente, el aire obtenido se hace pasar a través de una cama de perclorato de magnesio para terminar de secarlo. El aire ya

seco, es introducido por la válvula de entrada a la estufa y es eliminado húmedo por la válvula de salida. Puede utilizarse otro método que garantice la ausencia de CO₂.

7.6.6 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular el porcentaje de humedad libre con la siguiente ecuación:

$$\text{Humedad libre, \%} = [(A - B)/C] 100$$

Donde:

A: Masa del pesafiltro tarado y la muestra antes del calentamiento, en gramos

B: Masa del pesafiltro y la muestra después del calentamiento, en gramos

C: Masa original de la muestra

7.7 Determinación de las 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”.

8 MEDIDAS DE SEGURIDAD

Se deberá disponer de la hoja de datos de seguridad que incluya la información indispensable relacionada con: distribución, almacenaje, manejo y utilización, emergencias, datos toxicológicos; de acuerdo a las Normas Oficiales Mexicanas de seguridad e higiene: NOM-005-STPS, NOM-010-STPS, NOM-017-STPS, NOM-018-STPS.

9 EVALUACIÓN DE LA CONFORMIDAD

Cuando se requiera 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 del producto la institución evaluadora deberá estar debidamente acreditada en esta norma de producto.
- Ensayos de muestras puntuales obtenidas por la institución evaluadora acreditada 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 efectuaran 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 óxido e hidróxido de calcio 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

10.2. Producto a granel

Cuando el óxido e hidróxido de calcio 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

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 B202-93. AWWA Standard for Quicklime and hydrated lime. 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.

NOM-008-SCFI-2002, Sistema general de unidades de medida

ISO 8213, Chemical products for industrial use - Sampling techniques- Solid chemical products in the form of particles varying from powders to coarse lumps.

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**