PROY-NMX-AA-130-SCFI-2005

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

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN
COMSUMPTION- POLYALUMINUM CHLORIDE -
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, 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
LABORATORIO 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, S.A DE C.V.
MOLIENDAS TIZAYUCA, S.A. DE C.V.
PROSI PVS CHEMICAL, S.A. DE C.V.
TECHWATER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
CLARIANT MÉXICO, S.A. DE C.V.
CINÉTICA QUÍMICA, 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
POLICLORURO DE ALUMINIO
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN
CONSUMPTION- POLYALUMINUM CHLORIDE -
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 a 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 deben cumplir los policloruros de aluminio, en sus diferentes composiciones químicas, utilizados 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 oficiales mexicanas vigentes:

NMX-AA-051-SCFI	Análisis de Agua – Determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas - método de prueba.
NMX-AA-115-SCFI	Análisis de agua-criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.
NOM-005-STPS	Relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo para el manejo, transporte y almacenamiento de sustancias químicas peligrosas.
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:

basicidad: se define como la relación molar OH/3Al.

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 (NMX-AA-115-SCFI).

CAS: (Siglas en inglés del Chemical Abstracts Service). Organismo que elabora bases de datos de compuestos químicos.

contenedor: envase o saco

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.

policloruro de aluminio (PAC): nombre genérico de los productos incluidos en esta norma mexicana.

polihidroxicloruro de aluminio: coagulante, en ocasiones simultáneamente precipitante, de fórmula química variable. La eficacia del producto puede variar de acuerdo a la composición (cloruros).

polihidroxiclorosilicato de aluminio: coagulante, en ocasiones simultáneamente precipitante, de fórmula química variable. La eficacia del producto puede variar de acuerdo a la composición (clorosilicatos).

polihidroxiclorosulfato de aluminio: coagulante, en ocasiones simultáneamente precipitante, de fórmula química variable (véase el apartado 4.3). La eficacia del producto puede variar de acuerdo a la composición.

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

solubilidad en agua: es 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 disuelto en un determinado volumen de agua; dicha solubilidad depende directamente de la temperatura e inversamente de la presión.

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

Los policloruros de aluminio son un conjunto de productos con diferente composición química, en esta norma se incluyen los polihidroxicloruros, polihidroxiclorosilicatos y polihidroxiclorosulfatos de aluminio; se encuentran disponibles en forma sólida y en forma líquida. Son comercializados con diferentes grados de calidad, se diferencian en su basicidad, el contenido de iones cloruro, silicatos y sulfatos presentes, además del material activo (aluminio). En esta norma se les asignan los incisos a, b, c respectivamente.

Una característica de estos productos es su fuerte tendencia a hidrolizarse, que es el resultado de su naturaleza polimérica particular.

En esta NMX las concentraciones expresadas como por ciento se refieren a masa/masa.

4.1 Nombre químico

- a) Polihidroxicloruro de aluminio
- b) Polihidroxiclorosilicato de aluminio
- c) Polihidroxiclorosulfato de aluminio

4.2 Sinónimo o nombres comunes

- a) Policloruro de aluminio, PAC, PACI y ACH
- b) Policloruro de aluminio, PAC
- c) Policloruro de aluminio, PAC, PACS

4.3 Fórmula empírica

- a) $Al(OH)_aCl_b$ con $(a + b) = 3$ y a mayor de 1,05
- b) $Al(Na)_x(SiO_y)_z(OH)_aCl_b$ con $(a + b + 2z)(y-2) = 3 + x$;
 $a = 1,05 - 2,4$; $y \geq 2$; $z = 0,01 - 0,3$; $x = 0,005 - 2$; $b = 0,5 - 3$
- c) $Al(OH)_aCl_b(SO_4)_c$ con $(a + b + 2c) = 3$ y a mayor de 1,05

4.4 Fórmula química

Variable (véase el apartado 4.3)

4.5 Masa molecular

Variable (véase el apartado 4.3)

4.6 Número de registro del CAS

- a1) a y b variables, con a mayor de 1,05 : 1327-41-9
 a2) $a = 2,5$; $b = 0,5$: 12042-91-0
 a3) $a = 2$; $b = 1$: 10284-64-7
- b) a , b y c variables, con a mayor de 1,05 : 944894-80-1
 c) a , b y c variables, con a mayor de 1,05 : 39290-78-3

4.7 Referencia del EINECS

- a1) a y b variables, con a mayor de 1,05 : 215-477-2
 a2) $a = 2,5$; $b = 0,5$: 234-933-1
 a3) $a = 2$; $b = 1$: 233-632-2
 b) a , b y c variables, con a mayor de 1,05 : 215-477-2
 c) a , b y c variables, con a mayor de 1,05 : 254-400-7

4.8 Propiedades físicas

4.8.1 Apariencia

4.8.1.1 Sólido

Polvo de color blanco a amarillo

4.8.1.2 Líquido

Líquido que va de incoloro a ligeramente anaranjado

4.8.2 Densidad

La densidad varía en función de la composición, en particular del contenido del ion aluminio, expresado en porcentaje en masa de aluminio (% Al).

- a) Polihidroxiclورو de aluminio : valores típicos : de 1,24 g/ml a 1,34 g/ml para 6,89 % y 12,0 % Al.
- b) Polihidroxilosilicato de aluminio valores típicos: de 1,31 g/ml para un 7,5 % Al.
- c) Polihidroxilosulfato de aluminio: valores típicos : de 1,18 g/ml a 1,22 g/ml para un 5,3 % Al ; 1,16 g/ml para un 4,2 % Al.

4.8.3 Solubilidad en agua

Todos los polihidroxicloruros, polihidroxilosilicatos y polihidroxilosulfatos de aluminio son totalmente solubles y miscibles en agua. En función del producto en particular, las soluciones diluidas pueden hidrolizarse y formar un precipitado.

4.8.4 Punto de cristalización

Valores típicos:

- a) polihidroxiclورو de aluminio
 -20°C para un 9,5 % Al
 0°C para un 12,4% Al
- b) polihidroxilosilicato de aluminio

-30°C para un 7,5 % Al

c) polihidroxiclorosulfato de aluminio

de -10 °C a -15°C para un 5,3% Al

-5 °C para un 4,2% Al

4.8.5 Viscosidad dinámica

a) polihidroxicloruro de aluminio: de 10 mPa·s a 50 mPa·s para un 9,5 % Al

b) polihidroxiclorosilicato de aluminio: de 35 mPa·s a 45 mPa·s para un 7,5 % Al

c) polihidroxiclorosulfato de aluminio: de 3 mPa·s a 10 mPa·s para un 5,3% Al

4.9 Propiedades químicas

Las soluciones de polihidroxicloruro, polihidroxiclorosilicato y polihidroxiclorosulfato de aluminio son soluciones ácidas que se hidrolizan y forman un precipitado de hidróxido de aluminio cuando se diluyen mas allá de un determinado nivel. Los compuestos de aluminio son anfóteros. Por esta razón, la solubilidad del aluminio depende del valor del pH.

Los diferentes policloruros de aluminio presentan proporciones variables en iones cloruro, los valores típicos varían de 7 % a 22%.

5 ESPECIFICACIONES

5.1 Pureza de los policloruros

Los polihidroxicloruros, polihidroxiclorosilicatos y polihidroxiclorosulfatos de aluminio son el resultado de procesos de fabricación complejos y no deben ser, en ningún caso, el resultado de una mezcla de productos disponibles comercialmente.

El contenido de aluminio soluble en agua es variable. Los valores típicos se indican en la Tabla 1, lo mismo que el método de prueba.

Tabla 1 Contenido del aluminio y alúmina (%) como material activo

Clase de producto	Presentación	Contenido de aluminio %	Contenido de alúmina (Al ₂ O ₃) %	Método de prueba
Tipos a, b, c	Líquido	4,2 – 12,4	7,9 – 23,4	7.3
Tipos a, b, c	Sólido	10,6 – 23,8	20,0 – 45,0	7.3

Basicidad: La basicidad del polihidroxicloruro, polihidroxiclorosilicato y polihidroxiclorosulfato de aluminio, expresada por la relación molar OH/3Al debe ser mayor de 0,35. La basicidad puede ser obtenida a través de cálculo matemático de la relación molar Cl/3Al para lo cual también se debe determinar el contenido de cloruros, los métodos de prueba para determinar los cloruros y la basicidad están descrito en los puntos 7.4 y 7.5 de esta norma.

5.2 Impurezas

Las impurezas derivadas de los procesos de fabricación o extracción incluyen materias insolubles, y hierro total, se indican a continuación y en la Tabla 2 respectivamente así como los métodos de prueba.

5.2.1 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 7.1 de esta norma.

Tabla 2 Límites de hierro total

Grado	Impureza	Límite máximo mg Fe ₂ O ₃ / kg de producto sólido al 30% de alúmina,	Límite máximo g Fe / kg de Al	Método de prueba
Libre de hierro	Fe	176	0,8	7.2
Estándar		27500	125	7.2

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

5.3 Sustancias tóxicas

El producto debe cumplir las especificaciones de la Tabla 3, el método de prueba se indica en la misma tabla. Esta prueba debe efectuarse como mínimo una vez al año.

Tabla 3 Sustancias tóxicas

Parámetro	Límite mg/kg de producto sólido al 30 % de alúmina (base seca)	Límite mg/kg de Al	Métodos de prueba
Arsénico (As) máx.	16	101	7.6
Bario	706	4490	7.6
Cadmio (Cd) máx.	5,3	34	7.6
Cobre	1412	8990	7.6
Cromo (Cr) máx.	160	1023	7.6
Mercurio (Hg) máx.	1,8	11	7.6
Plomo (Pb) máx.	12	79	7.6
Selenio (Se) máx.	12	79	7.6

El usuario podrá solicitar menores niveles de concentración de sustancias tóxicas

5.4 Impurezas en general

El producto no debe contener sustancias que deterioren la salud de los consumidores del agua tratada apropiadamente con el polihidroxiclورو, polihidroxilosilicato o polihidroxilosulfato 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. Cuando la muestra presenta alguna precipitación se considera caduca.

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 policloruro 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, cuando la muestra presente algún tipo de precipitado o sedimentación se desecha.

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 del material insoluble en agua

7.1.1 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.

7.1.2 Material

Crisol Gooch con filtro de microfibra de vidrio con tamaño de poro nominal de 1,2 μm

7.1.3 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001g

7.1.4 Procedimiento:

Pesar exactamente lo más cercano a 20 g de producto sólido o 40 g del producto líquido. Disolver el polihidroxidocloruro, polihidroxidoclorosilicato y polihidroxidoclorosulfato aluminio sólido en aproximadamente 150 ml de agua caliente y agitar hasta disolución completa. Diluir el polihidroxidocloruro, polihidroxidoclorosilicato y polihidroxidocloropolicloruro de aluminio líquido en 150 ml de agua caliente y agitar.

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 masa del crisol es la materia insoluble.

7.1.5 Cálculos y expresión de los resultados

El contenido de materia insoluble, expresado en por ciento, se obtiene por la siguiente ecuación:

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

7.2 Determinación de hierro total

7.2.1 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.

7.2.2 Reactivos

Ácido sulfúrico

Disolución de tiocianato de potasio (KSCN), al 10 %

Disolución de ácido sulfúrico, 1:1 por volumen ó 18 N

Disolución de tiocianato de potasio (KSCN), al 10 %

Disolución de permanganato de potasio (KMnO₄), 1,0 %

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

Disolución estándar de hierro, de 0,10 mg /mL de Fe

7.2.3 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001g

Espectrofotómetro

7.2.4 Preparación de disoluciones:

Disolución de ácido sulfúrico, 1:1 por volumen ó 18 N

Mezclar cuidadosamente en un vaso de precipitados, mientras agita, volúmenes iguales de ácido sulfúrico y agua. Enfriar a temperatura ambiente.

Nota: Siempre adicionar el ácido al agua.

Disolución de permanganato de potasio (KMnO₄), 1,0 por ciento

Almacenar en frasco de vidrio ámbar. Se puede almacenar por aproximadamente 6 meses.

Disolución estándar de hierro, de 0,10 mg de Fe /mL

Preparar por dilución del estándar de 1,0 mg de Fe /mL. Adicionar 10,0 mL de H₂SO₄ 1:1 por litro de disolución estándar.

7.2.5 Procedimiento

7.2.5.1 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.

7.2.5.2 Determinación

Medir exactamente lo más cercano a 10 g ($\pm 0,01$ g) del policloruro de aluminio líquido o 5 g ($\pm 0,01$ g) del policloruro de aluminio 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 llevar al aforo. 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 policloruro 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.

7.2.6. Cálculos y expresión de los resultados:

El contenido de hierro como Fe_2O_3 , expresado en por ciento, se obtiene por la siguiente ecuación:

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

Donde:

M = Concentración de la disolución estándar, en mg de hierro /10mL

V = Volumen total de la disolución de la muestra dividida por la alícuota utilizada.

100 = 1000,0 mL / 10,0 mL

C = Factor de conversión: Fe a Fe_2O_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

7.3 Determinación de aluminio y alúmina como material activo en policloruros de aluminio sólidos y/o en disolución

El método se emplea para determinar el contenido de aluminio y alúmina total soluble en muestras, en estado sólido y/o en disolución, de policloruro de aluminio. 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.

7.3.1 Principio

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 o ditizona como indicador.

7.3.2 Reactivos

Agua
 Alambre de aluminio
 Cloruro de sodio
 Acetato de amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)
 Ácido clorhídrico (HCl)
 Disolución de ácido clorhídrico (3 + 10; o 1 + 3,3)
 Ácido etilendiamino tetracético, sal de sodio, dihidratada ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
 Disolución de ácido etilendiamino tetracético dihidratada (EDTA) 0,05 M
 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
 Disolución de ácido sulfúrico 1:1
 Anaranjado de xilenol ($\text{C}_{31}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_{13}\text{S}$)
 Disolución de anaranjado de xilenol al 0,1 %
 Sulfato de zinc heptahidratado ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
 Disolución de sulfato de zinc 0,05 M
 Ácido acético glacial (CH_3COOH)
 Disolución amortiguadora de acetato de amonio/ácido acético
 Disolución de ditizona al 0.1 % en alcohol etílico

7.3.3 Material

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

Buretas de 10, 25 y 50 mL,
 Embudo de vidrio para filtración rápida,
 Dos frascos de polietileno de 1 000 mL,
 Frascos con gotero de polietileno o vidrio, de 60 y 125 mL,
 Jeringas desechables para cada muestra líquida por analizar, sin aguja, de al menos 1 mL.
 Matraces aforados de 500 y 1 000 mL,
 Matraces erlenmeyer de 250 y 500 mL,
 Pipeta aforada de 50 mL, calibrada para entregar
 Pipeta graduada de 5 y 10 mL
 Perlas de ebullición, varillas de vidrio y pinzas para vasos de precipitados,
 Probetas graduada de 25, 50, 100 y 500 mL, y
 Vasos de precipitados de 100, 150, 250, 400 y 1 500 mL.
 Vidrio de reloj

7.3.4 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001g

7.3.5 Preparación de disoluciones

Disolución de ácido clorhídrico 1:1
 Agregar 25 ml de agua a 25 ml de ácido clorhídrico concentrado y agitar.

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.

Disolución estándar de aluminio

NMX-AA-000-SCFI-2005

Pesar exactamente lo más cercano a 1 g de alambre de aluminio (± 0.1 mg); transferirlo a un matraz volumétrico de 1000 ml. Adicionar 50 ml de ácido clorhídrico 1:1, agitar el matraz permitiendo que la reacción proceda mientras se disuelve el alambre de aluminio (Advertencia: no tapar el matraz. Mantenerlo en una campana de extracción debido a la formación de hidrógeno gaseoso y alejado del calor y de chispas durante la reacción.). Dejar enfriar y llevar al aforo con agua hasta la marca de 1000 ml, agitar bien. Almacenar en una botella de polietileno. La concentración de la disolución estándar de aluminio se obtiene de dividir los gramos de alambre de aluminio usado entre el volumen de aforo y es expresado en g de Al/mL.

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.

Disolución de indicador de anaranjado de xilenol

Transferir 60 g de cloruro de sodio a una hoja de papel limpia y adicionar 0,1 g de sal de tetrasodio de xilenol naranja; mezclar los dos sólidos en el papel; transferir la mezcla en pequeñas cantidades a la vez a un mortero y moler hasta obtener un polvo fino. Almacenar en una botella roscable de boca ancha, el polvo seco es estable indefinidamente. Para preparar el indicador de naranja de xilenol disolver 0,1 g de la sal de tetrasodio de xilenol naranja en 100 ml de agua, almacenar en un gotero. Descartar después de un mes.

Disolución de sulfato de zinc estandarizado 0,05 M

a) Preparación

Disolver 15 g de sulfato heptahidratado de zinc en un matraz volumétrico de 1000 ml con agua hasta la marca.

b) Valoración

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:

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

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

a) Preparación

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.

b) Valoración

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

NMX-AA-000-SCFI-2005

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 = Masa de carbonato de calcio (CaCO_3), en mg

V = Volumen de la disolución de la sal disódica del EDTA, en mL

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

7.3.6 Procedimiento

Calcular el tamaño de muestra a ser usado, como sigue:

$$\text{gramos de muestra} = 6,095 / \% \text{ esperado de aluminio}$$

Pesar la muestra correspondiente ($\pm 0,01$ g), transferir la muestra a un matraz Erlenmeyer de 500 ml y diluir con agua hasta 200 ml, agregar 25 gotas de ácido sulfúrico concentrado y mezclar.

Pipetear 50,0 ml de la disolución estandarizada de EDTA 0,05 M en el contenido del matraz y mezclar, agregar 25 ml de buffer de acetato de amonio, llevar hasta ebullición y mantener la ebullición por 2 a 3 minutos; dejar enfriar la disolución a temperatura ambiente.

Agregar al matraz 0,1 a 0,2 g de la sal de tetrasodio de xilenol naranja ó 4 gotas de la disolución acuosa del indicador de naranja de xilenol o unas gotas de ditizona y mezclar.

Titular el exceso de EDTA con la disolución estándar de sulfato de zinc 0,05 M a un cambio de coloración de amarillo a rojo-púrpura.

Nota: si se toma una muestra demasiado grande el cambio de color ocurrirá a la primera gota agregada de sulfato de zinc.

7.3.7 Cálculos y expresión de los resultados

El contenido total de aluminio, expresado en por ciento, se obtiene por la siguiente ecuación:

$$\% \text{ total Al} = ((\text{ml EDTA} - (\text{ml ZnSO}_4 \cdot \text{F}_1)) \cdot 2.6981 \text{ M de EDTA}) / \text{gramos de la muestra titulada}$$

El contenido total de alumina (% Al₂O₃) se obtiene por relación estequiométrica con el contenido de aluminio.

7.3.8 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.

7.4 Determinación de cloruros

7.4.1 Principio

Se basa en la reacción producida entre el nitrato de plata y los cloruros presentes en el material

7.4.2 Reactivos

Agua
Alcohol isopropílico
Disolución de nitrato de plata 0,1N
Mezcla almidón - carbonato de calcio (1:5)
Disolución de diclorofluoresceína al 1%

7.4.3 Material

Matraz Erlenmeyer de 125 ml
Pipeta volumétrica de 5 ml
Pipeta graduada de 10 ml
Bureta
Gotero
Matraz aforado de 100 ml

7.4.4 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001 g

7.4.5 Procedimiento

Pesar la 8,1 g de muestra, llevar a 100 ml, tomar una alícuota de 5 ml.
Adicionar 10 ml de alcohol isopropílico, unas pizcas de la mezcla almidón-carbonato, agregar 10 gotas de diclorofluoresceína. Titular con nitrato de plata al 0,1 N hasta vire rosa.

7.4.6 Cálculos y expresión de los resultados

El contenido de cloruros (Cl), expresado en por ciento, se obtiene por la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Cl} = \frac{V \times C \times 35,45}{m \times 1000 \times (5/100)} \times 100$$

Donde:

V = Volumen gastado de la disolución de nitrato de plata

C = Concentración de la disolución de nitrato de plata
 35,45 = Masa del equivalente del cloro
 1000 = Factor de conversión de equivalente a miliequivalente
 5/100 = Alícuota y volumen de aforo.
 100 = Factor para obtener el porcentaje

7.5 Determinación de basicidad

7.5.1 Principio

Se basa en la neutralización de la alcalinidad de la muestra a analizar y una titulación con hidróxido de sodio en presencia de fluoruro de potasio. El fluoruro de potasio previene la hidrólisis de las sales de aluminio formando complejos con los cationes de aluminio. El indicador utilizado es fenolftaleína. El porcentaje de basicidad se calcula mediante el valor obtenido de alcalinidad (porcentaje de OH⁻) o el porcentaje de cloruros, y el porcentaje de aluminio o alúmina.

7.5.2 Reactivos

Nitrato de plata 0,1N
 Alcohol isopropílico
 Agua tridestilada
 Mezcla almidón - carbonato de calcio (1:5)
 Disolución de diclorofluoresceína al 1%
 Disolución estándar de ácido clorhídrico 1,0 N
 Disolución estándar de hidróxido de sodio 1,0 N
 Disolución de fluoruro de potasio al 50%
 Disolución de fenolftaleína

7.5.3 Material

Matraz Erlenmeyer de 250 ml
 Pipeta Volumétrica 25 mL
 Pipeta graduada de 10 ml
 Bureta
 Gotero
 Matraz aforado de 100 ml
 Agitador magnético

7.5.4 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,0001 g
 Parrilla

7.5.5 Preparación de disoluciones

Disolución de fluoruro de potasio al 50%
 Disolver 250 g de KF anhidro en 375 ml de agua desionizada caliente o disolver 405 g de KF·2H₂O en 220 ml de agua deionizada caliente. Dejar enfriar y diluir con 500 ml de agua desionizada. Filtrar si es necesario y almacenar en una botella de plástico.

Disolución de fenolftaleína
 Disolver 1,0 g de fenolftaleína en 100 ml de etanol.

7.5.6 Procedimiento

Pipetear 5,0 ml de la disolución a ser analizada en un matraz Erlenmeyer de 250 ml previamente pesado. Volver a pesar y registrar la diferencia de masa, colocar un agitador magnético dentro del matraz. Seleccionar un segundo matraz colocándole también un agitador magnético e identificándolo como blanco.

NOTA: El volumen de la muestra a ser analizada depende del porcentaje de aluminio y de basicidad esperado, en general la Tabla 4 puede ser aplicable.

Tabla 4. Guía para determinar el volumen de muestra

Volumen de la muestra	% de Aluminio Esperado	% Basicidad Esperada
5 mL	5,3 – 8,0	0 – 50
3 mL	8,0 – 10,6	50 – 70
2 mL	> 10,6	> 70

Adicionar 50 ml de agua a cada matraz Erlenmeyer, colocar ambos matraces en una parrilla, calentar el contenido de los matraces hasta ebullición y mantener la ebullición por 5 minutos, dejar enfriar a temperatura ambiente.

Con pipeta volumétrica agregar a cada matraz 25,0 ml de la disolución de KF al 50 % y agitar.

Adicionar cuatro gotas de la disolución de fenolftaleína y titular la muestra de cada matraz con una disolución de NaOH al 0,1 N hasta que la disolución vire a una coloración rosada (punto final de titulación), que deberá persistir por 1 minuto. Si el punto final de la muestra es detectado antes de adicionar la disolución de NaOH, repetir el procedimiento utilizando menos muestra.

7.5.7 Cálculos y expresión de los resultados

7.5.7.1 La basicidad, expresada en por ciento, se obtiene por la siguiente ecuación:

$$1) \% \text{ OH} = (\text{ mL NaOH}_{\text{muestra}} - \text{ mL NaOH}_{\text{blanco}}) \cdot (1,7) / \text{ masa de la muestra en gramos.}$$

$$2) \% \text{ basicidad} = (\% \text{ OH}) (52,91) / (\% \text{ Al}).$$

Nota: La presencia de silicatos, cromo, titanio y circonio puede causar interferencias y arrojar datos erróneos, con resultados de basicidad más altos.

7.5.7.2 La basicidad expresada en por ciento (%B), también puede obtenerse mediante cálculo en función de la concentración de alúmina (Al_2O_3) y cloruros obtenidos en 7.4.

$$R = \frac{\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot 0.53 \cdot 35.5}{\% \text{ Cl} \cdot 27}$$

$$N = \frac{2}{R} \quad \% \text{ B} = \left(1 - \frac{N}{6} \right) \cdot 100$$

7.6 Determinación de sustancias tóxicas

NMX-AA-000-SCFI-2005

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 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 EVALUACION 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 policloruro de aluminio se entrega en envase 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 policloruro 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 B408-93. AWWA Standard for Liquid Polyaluminum Chloride. 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 EN 883:1997. Chemicals used for treatment of water intended for human consumption - Polyaluminum chloride hidroxide and Polyaluminum chloride hidroxide sulfate.

Norma Española UNE- EN 883:1997. Productos químicos utilizados en el tratamiento del agua destinada al consumo humano- Polihidroxicloruro de aluminio y polihidroxiclorosulfato 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

NMX-AA-000-SCFI-2005

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**