

PROY-NMX-AA-135-SCFI-2006

POTABILIZACIÓN DEL AGUA PARA USO Y CONSUMO HUMANO – POLIAMINAS – ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA

POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN CONSUMPTION – POLYAMINES – 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:

SECRETARÍA DE SALUD COMISIÓN FEDERAL PARA LA PROTECCIÓN CONTRA RIESGOS SANITARIOS

SECRETARÍA DE SALUD, COMISIÓN DE CONTROL ANALÍTICO Y AMPLIACIÓN DE COBERTURA

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

FACULTAD DE QUÍMICA, UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS BIOLÓGICAS, INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
CERTIFICACIÓN MEXICANA, S.C

SNF FLOERGER DE MEXICO, S.A. DE C.V.

NALCO DE MEXICO, S. DE R.L. DE C.V.

OPTA 2000, S. A. DE C.V.

CIBA ESPECIALIDADES QUÍMICAS DE MÉXICO, S. A. DE C.V.

CYTEC DE MEXICO, S. A. DE C.V.

SILICATOS Y DERIVADOS, S.A. DE C.V.

ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUÍMICA

COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA

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

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, cuando se aplican estos tratamientos, sean utilizados productos químicos específicos, que no presenten efectos potenciales adversos a la salud.

Las poliaminas se emplean durante el tratamiento de potabilización de agua para facilitar la remoción de material coloidal y partículas finas en suspensión. Las poliaminas se aplican en la corriente principal durante la clarificación y filtración, donde pueden ser usadas como floculantes o para reforzar la acción de sales metálicas para coagular y flocular.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece las especificaciones que deben cumplir las poliaminas utilizadas 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-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:

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.

disolución: Una fase sólida o líquida que contine más de una sustancia, por conveniencia una de las sustancias es llamada disolvente y las otras sustancias son llamadas solutos.

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

humedad: cantidad de agua contenida en una sustancia, no unida químicamente.

lote: cantidad de material que se sabe o se presupone que fue producido bajo condiciones uniformes.

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.

masa constante: masa de un recipiente o material de laboratorio, vacío o conteniendo el producto bajo estudio el cual permanece invariable después de asegurar que se ha eliminado la humedad mediante la aplicación de calor.

solubilidad en agua: 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.

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

Las poliaminas se preparan a partir de dimetilamina o metilamina y epíclorhidrina, adicionalmente se puede emplear una amina multifuncional tal como etilendiamina. Las poliaminas a que se refiere este documento son producidas por la reacción espontánea de aminas con epíclorhidrina en disolución acuosa para formar un compuesto que se polimeriza bajo la acción del calor. El uso opcional de una amina multifuncional sirve para introducir ramificaciones en el polímero que incrementan la masa molecular.

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

4.1 Nombre químico

Resina de (di)metilamina-epíclorhidrina

4.2 Sinónimo o nombres comunes

Poliamina
 Polialquileammina
 Sales policuaternarias

Nota: los términos “polímero catiónico, polielectrolito catiónico, floculante catiónico y coagulante orgánico”, son términos genéricos que incluyen a las poliaminas aquí presentadas, pero que pueden referirse a otros productos químicos.

4.3 Fórmula química



Donde a,b,c,d y e, son variables dependiendo de los reactivos utilizados y de sus relaciones molares.

4.4 Masa molecular

En el intervalo de 10 000 a un millón.

4.5 Número de registro del CAS

25988-97-0

68583-79-1

42751-79-1

Esta lista no es excluyente ya que existen otras poliaminas también usadas en el tratamiento de aguas.

4.6 Referencia del EINECS

No aplica para polímeros.

4.7 Designación numérica de las Naciones Unidas

Sin designación.

4.8 Propiedades físicas

4.8.1 Densidad aparente

La densidad de la disolución depende de su concentración. Un valor típico es de 1,16 g/mL para una disolución de poliamina al 50 % a 20 °C.

4.8.2 Solubilidad en agua

Es totalmente soluble en agua, a cualquier concentración.

4.9 Propiedades químicas

Las poliaminas son materiales no peligrosos y sin reactividad intrínseca. Sin embargo, al igual que muchos otros compuestos químicos orgánicos, son susceptibles de sufrir reacciones exotérmicas si se ponen en contacto con ácidos fuertes o agentes oxidantes fuertes.

5 ESPECIFICACIONES

5.1 Apariencia

El producto es un líquido de incoloro a café rojizo.
Al examen visual, estos productos no deben presentar geles u otros materiales extraños.

5.2 Contenido de sólidos totales

Debe estar en el intervalo de 30 a 52 %.
El método de prueba para determinar el contenido de sólidos totales está descrito en el punto 7.2 de esta norma.

5.3 pH

El pH deberá estar en el intervalo de 4,0 a 7,0.
El método de prueba para determinación del pH está descrito en el punto 7.1 de esta norma

5.4 Pureza (concentración del ingrediente activo)

La concentración del ingrediente activo es de aproximadamente 30 a 52 %.
El método de prueba para determinación del contenido activo está descrito en el punto 7.3 de esta norma.

5.5 Viscosidad

Desde 0,1 a 9 Pa.s (100 a 9000 cP).
El método de prueba para determinar la viscosidad está descrito en el punto 7.4 de esta norma.

5.6 Impurezas (epiclorhidrina y otras sustancias residuales)

El producto deberá cumplir con los requisitos incluidos en la Tabla No. 1.
El método de prueba para determinar las impurezas están descritos en el punto 7.5 de esta norma.

Tabla No. 1 Impurezas

Impureza/subproducto	Límite máximo permisible (mg/kg de producto activo)
Épiclorhidrina	20

1,3-Dicloro-2-propanol	1000
2,3-Dicloro-1-propanol	1000
3-cloro-1,2-propanodiol	1000

5.7 Impurezas en general

El producto no debe contener sustancias que deterioren la salud de los consumidores del agua tratada apropiadamente con las poliaminas.

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.

Se deben conservar muestras de referencias durante el tiempo de vida de almacenamiento del producto.

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 totalmente para formar una mezcla homogénea 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 algún tipo de precipitado o sedimentación se considera caduca y se desecha.

6.2 Muestreo de envases

Se deberá obtener una muestra compuesta de la poliamina envasada, 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 considera caduca y se desecha.

6.3 Recomendaciones

Para realizar el muestreo se recomiendan las siguientes técnicas

6.3.1 Muestreo de envases o contenedores

6.3.1.1 General

Mezclar el contenido del contenedor que se va a muestrear por agitación, ya sea por rodamiento o moviéndolo de lado a lado, cuidando de no dañar el contenedor ni derramar el producto.

Si el diseño del contenedor es tal que resulte poco práctico (por ejemplo, una botella de cuello angosto) usar un implemento de muestreo, tomar una muestra por vertido, una vez agitado el producto. De otro modo proceder como se indica a continuación.

Examinar la superficie del líquido, si hay signos de contaminación superficial, tomar muestras de la superficie, de acuerdo a lo indicado más adelante, si no, tomar las muestras de acuerdo a lo indicado en el inciso 6.3.1.3.

6.3.1.2 Muestras de la superficie

Tomar una muestra usando un cucharón conveniente. Introducir el cucharón dentro del líquido hasta que el borde esté justo debajo de la superficie. Retirar el cucharón antes de que se llene completamente y permitir que cualquier líquido adherido al cucharón se escurra.

6.3.1.3 Muestreo del fondo.

Tomar una muestra empleando un tubo muestreador abierto, o un tubo muestreador con válvula inferior adecuado al tamaño del contenedor y a la viscosidad del líquido.

Si se usa un tubo abierto, cerrarlo en su parte superior antes de llevarlo al fondo del contenedor. Destapar el tubo y moverlo rápidamente, de tal manera que el tubo recorra todo el fondo del contenedor antes de llenarse. Cerrar el tubo, retirarlo del contenedor y permitir que todo el líquido que hubiere quedado adherido al tubo escurra.

Cuando se use un tubo de muestreo con válvula inferior, cerrar la válvula antes de introducir el tubo al contenedor y después proceder de manera similar a lo indicado en el caso de tubo abierto.

6.3.2 Muestreo de tanques y cisternas.

Tomar muestra de cada punto de acceso, de acuerdo a lo siguiente:

- De la superficie del líquido, usando un cucharón (ver 6.3.1.2).

- Del fondo del tanque o cisterna usando un tubo muestreador, como se describe en 6.3.1.3, o usando un aparato especialmente diseñado para muestrear el fondo.
- De una o más posiciones, dependiendo de la profundidad total, entre el fondo y la superficie usando una lata de muestreo pesada.

7 MÉTODOS DE PRUEBA

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

7.1 Medición del pH

Este método se emplea para determinar pH de diversas muestras. El método está diseñado para obtener valores de pH dentro del intervalo de 1,5 – 11,0.

7.1.1 Principio

Se basa en la determinación de iones hidronio.

7.1.2 Reactivos

Estándares de soluciones amortiguadoras de pH 2,00, 4,00 y 7,00; trazables a CENAM o a otro instituto autorizado

Agua reactivo

7.1.3 Material

Material de vidrio de uso común en el laboratorio

7.1.4 Aparatos e instrumentos

Medidor de pH con lectura de 2 decimales y precisión de 0,1 o mayor. El equipo debe tener compensación automática de temperatura.

Electrodo para pH

Termómetro calibrado con precisión mínima de 1 °C

7.1.5 Procedimiento

7.1.5.1 Calibración

Antes de la determinación calibrar con soluciones amortiguadoras de pH 2,00, 4,00 y 7,00. Después de la calibración medir las soluciones amortiguadoras; las lecturas deben tener una precisión de +/- 0,14.

7.1.5.2 Análisis de la muestra

Para muestras que requieran dilución, antes de la medición diluir con agua reactivo a la concentración deseada.

De ser necesario ajustar la temperatura.

Lavar el electrodo con agua reactivo, secar suavemente para eliminar agua en exceso. Evitar frotar para no dañar el bulbo.

Colocar el electrodo en la muestra. Agitar la muestra para homogeneizar y favorecer el contacto con el electrodo. Una vez que la lectura se estabilice, registrar los resultados con una cifra decimal.

Conservar el electrodo en disolución saturada de KCl o disolución amortiguadora de pH 7.

7.1.6 Cálculos y expresión de los resultados

Los resultados se expresan con una cifra decimal.

7.2 Determinación del contenido de sólidos totales

7.2.1 Principio

El producto se calienta a sequedad y la diferencia de masa es determinada gravimétricamente.

7.2.2 Material

Material de vidrio de uso común en laboratorio

Cápsula de porcelana o de aluminio

7.2.3 Aparatos e instrumentos

Balanza, con precisión de 0,1 mg

Horno, capaz de mantener la temperatura en 110 ± 1 °C, y colocado dentro de campana de extracción

Desecador, con gel de sílice seca

7.2.4 Procedimiento

Llevar a peso constante una cápsula de porcelana o de aluminio en un horno a 110 °C, después de esto mantenerla en un desecador hasta que se enfríe por lo menos 30 minutos. Pesar la cápsula con precisión de 0,1 mg.

Agitar la muestra dentro de su contenedor, para garantizar que sea homogénea.

Añadir de 1 a 2 gramos de muestra a la cápsula, pesar con precisión de 0,1 mg.

Colocar la cápsula dentro del horno por dos horas a 110 °C. Transcurrido este tiempo, colocar la cápsula en un desecador y permitir que se enfríe, durante al menos 30 minutos.

Pesar la cápsula que contiene el residuo seco con precisión de 0,1 mg.

7.2.5 Cálculos y expresión de los resultados

El contenido de sólidos totales, ST, expresado como por ciento en masa del producto está dado por la siguiente expresión:

$$ST = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100$$

Donde:

ST = Contenido de sólidos totales de la muestra, en por ciento

m_1 = Masa de la cápsula, en gramos

m_2 = Masa en gramos de la cápsula con muestra húmeda

m_3 = Masa en gramos de la cápsula más la muestra seca

El resultado debe expresarse con dos decimales.

7.3 Determinación de la concentración del ingrediente activo

7.3.1 Principio

La proporción de ingrediente activo, poliaminas, en una muestra de producto es determinada mediante un procedimiento en el que se asume que el producto es una disolución acuosa que contiene poliaminas, epiclorhidrina, 1,3-dicloro-2-propanol, 2,3-Dicloro-1-propanol y 3-cloro-1,2-propanodiol.

7.3.2 Cálculos y expresión de los resultados

Para el cálculo de la concentración del ingrediente activo, se deberán determinar previamente la masa de sólidos totales, de sales inorgánicas (cloruros) y la concentración de monómero residual de acuerdo con los métodos descritos en los puntos 7.2, 7.5 y 7.6 respectivamente.

La concentración del ingrediente activo, expresado como porcentaje en masa de poliaminas está dado por la expresión:

$$C_p = ST - C_{Cl} - (C_i \times 10^{-4})$$

Donde:

C_p = Contenido de poliaminas en porcentaje

ST = Contenido de sólidos totales de la muestra, en por ciento

C_{Cl} = Contenido de cloruros en por ciento

C_i = Concentración de sustancias residuales en miligramos por kilogramo de producto.

El resultado deberá ser expresado con dos cifras decimales.

Nota. Este procedimiento tiende a sobreestimar ligeramente el contenido activo si el producto contiene sales de amonio, ya que éstas se pierden por volatilización durante la determinación de cenizas.

7.4 Determinación de viscosidad

La viscosidad proporciona un valor confiable de la masa molecular relativa del polímero entre diferentes lotes, pero carece de valor en términos absolutos ya que depende de un gran número de variables, como el procedimiento de preparación de la disolución, el instrumento de medición y las condiciones de prueba.

7.4.1 Principio

Este método es usado para medir la viscosidad relativa en Pa.s y su equivalente en centipoises (cP) de varios productos usando un viscosímetro rotacional Brookfield LV.

7.4.2 Reactivos

Estándares de silicón 0,5 Pa.s (500 cP) 0,05, 0,5 y 5 Pa s (50, 500 y 5000 cP) trazables a CENAM o a otro instituto autorizado.

7.4.3 Material

Termómetro calibrado con 1 °C de incremento con precisión de +/- 1 °C, con escala de -5 a 150 °C.

4. Vasos de precipitado de 500 mL de forma alta.

7.4.4 Aparatos e instrumentos

Viscosímetro Brookfield modelo LVF, LVT o equivalente

Agujas tipo Brookfield del número 1 al 4

Baño de agua a temperatura constante

7.4.5 Procedimiento

7.4.5.1 Preparación del Equipo

- 1) Para realizar las pruebas seleccionar la aguja y la velocidad de acuerdo con la Tabla No. 2.
- 2) En general, cuando se informa un resultado de viscosidad se debe indicar el tipo y número de aguja y la velocidad (r/min) utilizados.
- 3) Corroborar que la aguja esté correctamente instalada en el viscosímetro y que esté limpia.
- 4) Corroborar que el equipo esté nivelado, verificando que la burbuja se encuentre centrada.
- 5) Verificar el funcionamiento adecuado del equipo siguiendo las indicaciones contenidas en el procedimiento de operación del mismo, en caso de no contar con éste, proceder como indican los puntos 6, 7 y 8.
- 6) Ajustar la temperatura del estándar a 25°C +/- 1°C.
- 7) Tomar lectura de los estándares, 0,05, 0,5 y 5 Pa s (50, 500 y 5000 cP), con la aguja y la velocidad indicadas en la Tabla No. 3. Registrar el resultado.

Tabla No 3

Viscosidad (cP)	Pa.s	Aguja	Velocidad (r/min)
10 – 100	0,01-0,1	1	60
100 – 200	0,1-0,2	1	30
200 – 500	0,2-0,5	1	12
500 – 1 000	0,5-1	1	6
1 000 – 2 500	1-2,5	2	12
2 500 – 5 000	2,5-5	2	6
5 000 – 10 000	5-10	3	12
10 000 – 20 000	10-20	3	6
20 000 – 50 000	20-50	4	12
50 000 – 100 000	50-100	4	6

Tabla No 4

Estándar	Aguja	Velocidad	Límite Error (3sigma)
50	1	60	+/- 1,5
500	2	30	+/- 15
5000	3	6 y 12	para 6 +/- 250 para 12 +/- 150

Nota: En caso de que el valor de viscosidad del estándar interno sea diferente al valor indicado en la Tabla No. 4, para el cálculo del límite de error se utilizará la siguiente ecuación:

Límite de error = $0,01 \times$ Viscosidad real del estándar + Factor por aguja y velocidad de la Tabla No. 5.

8) Restar el resultado obtenido del estándar para obtener el error. El error debe estar dentro del límite indicado en la Tabla No. 4 o el que se obtenga en la ecuación. De ser así, se considera que el equipo funciona adecuadamente.

7.4.5.2 Determinación de la viscosidad

1. Colocar la muestra a ser analizada en el vaso de precipitado de 500 mL.
2. Ajustar la temperatura de la muestra a 25 °C +/- 1 °C, usando un baño de agua.
3. Seleccionar la aguja adecuada.
4. Insertar la aguja en la muestra hasta que el nivel del fluido llegue a la marca de ésta.

5. Encender el motor del viscosímetro y dejar girar la aguja hasta que la lectura se estabilice en una posición.
6. A velocidades bajas la lectura puede ser obtenida mientras la aguja esté girando. A velocidades altas es necesario presionar el embrague y apagar el motor simultáneamente para poder ver la lectura.

Nota: No deben quedar burbujas atrapadas en el líquido durante la lectura.

7.4.6 Cálculo y expresión de los resultados

1. Registrar el valor obtenido.
2. Multiplicar el resultado obtenido por el factor correspondiente (ver Tabla No. 5) para obtener el valor de viscosidad en centipoise (cP) y convertir a Pa.s dividiendo el valor entre 1 000.

Tabla No.5 Factores por aguja y velocidad

Velocidad (r/min)	Aguja1	Aguja 2	Aguja 3	Aguja 4
6	10	50	200	1 000
12	5	25	100	500
30	2	10	40	200
60	1	5	20	100

7.5 Determinación de epiclorhidrina y otras sustancias residuales

Este método es utilizado para la determinación de epiclorhidrina (EPI), 1,3-dicloro-2-propanol (DCIPA), 2,3-Dicloro-1-propanol (DCPA) y 3-cloro-1,2-propanodiol (DIOL) en polímeros de epiclorhidrina y dimetilamina (EPI-DMA).

7.5.1 Principio

Los componentes de interés se extraen del polímero con una disolución 50/50 v/v de isopropanol/cloruro de metileno. La fase orgánica (capa superior) se analiza por cromatografía de gases con un detector de ionización de flama. Se utiliza ciclohexanona como estándar interno.

7.5.2 Reactivos

Cloruro de metileno grado cromatografía de líquidos de alta pureza (HPLC, por sus siglas en inglés) o cromatografía de gases (GC).

Isopropanol grado cromatografía de líquidos de alta pureza (HPLC, por sus siglas en inglés) o cromatografía de gases (GC).

Ciclohexanona grado reactivo

Epiclorhidrina con más del 99% de pureza

1,3-dicloro-2-propanol grado reactivo
 2,3-dicloro-1-propanol grado reactivo
 3-cloro-1,2-propanodiol grado reactivo

7.5.3 Material

Barra de agitación magnética
 Columna capilar 15 m, 0,53 mm de diámetro interno, empaque de 1,0 micrometros
 Pipetas clase A de 10 mL
 Probeta graduada de 1 000 mL
 Material común de laboratorio

7.5.4 Aparatos e instrumentos

Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de flama y puerto de inyección sin división(splitless)
 Integrador

7.5.5 Procedimiento

7.5.5.1 Condiciones de análisis

- 1) Flujo de la columna 6,0 mL/min de helio 20,7 kPa (3 psig aproximadamente)
- 2) Flujo total 30 mL/min
- 3) Flujo del detector de hidrógeno 40 mL/min
- 4) Flujo del detector de aire 380 mL/min
- 5) Velocidad del integrador 0,4 cm/min
- 6) Temperatura del puerto de inyección de 180 °C
- 7) Temperatura del detector 225 °C
- 8) Programa del Horno, temperatura inicial 65 °C, tiempo inicial 3,0 min. Relación temperatura tiempo 10 °C/min. Temperatura final 200 °C, tiempo final 3,0 min.

Nota: Las condiciones anteriores son una guía para un análisis típico. La variación de las condiciones es aceptable si el cromatograma da una buena resolución de picos y la exactitud de los resultados está dentro de los límites aceptados.

7.5.5.2 Preparación de disolventes de extracción

- 1) Todo el material de vidrio deberá ser lavado de forma especial para evitar contaminación del disolvente. Todo el material deberá ser enjuagado con suficiente agua desionizada y después con isopropanol.
- 2) Pesar un matraz de 2 000 mL, lo más cercano posible a 0,1 g y registrar la masa (m_1).
- 3) En una probeta graduada de 1 000 mL agregar 1 000 mL de isopropanol.
- 4) Pesar 1,0 +/- 0,1 g con una aproximación de 0,000 1 g del estándar interno de ciclohexanona en un vaso de 50 mL. Registrar la masa.

- 5) Transferir cuantitativamente la ciclohexanona al matraz de 2 000 mL usando porciones de isopropanol de la probeta. Transferir el resto del isopropanol al matraz.
- 6) Con una probeta de 1 000 mL, transferir 1 000 mL de cloruro de metileno al matraz de 2 000 mL.
- 7) Pesar nuevamente el matraz con una aproximación de 0,1 g y registrar la masa (**m₂**).
- 8) Tapar el matraz y mezclarlo.
- 9) Calcular la concentración del estándar interno de ciclohexanona usando la siguiente ecuación:

$$C_{ESTI} = \frac{m_C \times \%C \times 10\,000}{m_T}$$

Donde:

C_{ESTI} = Concentración del estándar interno de ciclohexanona, en mg/kg

m_C = Masa de la ciclohexanona en g

$\%C$ = Pureza de la ciclohexanona en por ciento

m_T = Masa total en g ($m_2 - m_1$)

m_1 = Masa del matraz vacío, en g

m_2 = Masa del matraz lleno, en g

7.5.5.3 Preparación del material de referencia

1 Disolución madre de 2 500 mg/kg

- a) Lavar perfectamente el material. Enjuagarlo con una pequeña cantidad del disolvente de extracción para eliminar cualquier residuo de agua. Dejar que el material se seque antes de usarse.
- b) Pesar un matraz volumétrico de 100 mL. Registrar la masa con una aproximación de 0,1 g (**m₁**).
- c) Pesar 0,25 +/- 0,2 g de cada uno de EPI, DCIPA, DCPA, DIOL en el matraz, registrar las masas con una aproximación de 0,0001 g.
- d) Adicionar aproximadamente 50 mL del disolvente de extracción al matraz y mezclar. Llevar al aforo con el disolvente de extracción.
- e) Pesar el matraz lleno. Registrar la masa con una aproximación de 0,1 g (**m₂**).
- f) Tapar el matraz y mezclar.
- g) Calcular la concentración de los componentes usando la siguiente ecuación

$$C_{Si} = \frac{m_i \times P_i \times 10\,000}{m_T}$$

Donde :

C_{Si} = Concentración del componente en mg/kg
 m_i = Masa del componente en g
 P_i = Pureza del componente en por ciento
 m_T = Masa total ($m_2 - m_1$), en g
 m_1 = Masa del matraz vacío, en g
 m_2 = Masa del matraz lleno, en g

2 Disolución de 50 mg/kg

- Pesar un matraz volumétrico de 100 mL. Registrar la masa con una aproximación de 0,1 g (m_1).
- Pesar 2,0 \pm 0,1 g de la disolución madre en el matraz. Registrar la masa con una aproximación de 0,0001 g (m_M).
- Llevar al aforo con el disolvente de extracción
- Pesar el matraz lleno. Registrar la masa con una aproximación de 0,1 g (m_2)
- Tapar el matraz e invertir varias veces para mezclar.
- Transferir la disolución a varios viales de 10 mL con tapones recubiertos con teflón. Almacenar los viales en un refrigerador.
- La vigencia de la disolución es de 2 años.
- Calcular la composición de cada componente utilizando la siguiente ecuación.

$$C_i = \frac{C_{Si} \times m_M}{m_T}$$

Donde :

C_i = Concentración del componente "i" en mg/kg
 C_{Si} = Concentración de cada componente en la disolución madre, en mg/kg
 m_M = Masa de la disolución madre, en g
 m_T = Masa total en g ($m_2 - m_1$)
 m_1 = Masa del matraz vacío, en g
 m_2 = Masa del matraz lleno, en g

Nota: La concentración de la ciclohexanona en esta disolución es la misma que la concentración en el disolvente de extracción utilizado en su preparación.

7.5.5.4 Cálculo del Factor de Respuesta R para cada componente

1. Analizar tres veces la disolución de 50 mg/kg. Calcular el factor de respuesta (R) para cada componente utilizando la siguiente ecuación y el promedio de los datos obtenidos.

$$R_i = \frac{C_i \times A_{ESTI}}{A_i \times C_{ESTI}}$$

Donde :

R_i = Factor de respuesta para cada componente

C_i = Concentración del componente en mg/kg

A_{ESTI} = Área bajo la curva del estándar interno de ciclohexanona

A_i = Área bajo la curva para cada componente

C_{ESTI} = Concentración del estándar interno de ciclohexanona en mg/kg

2. Registrar el factor de respuesta con una aproximación de tres cifras decimales

7.5.5.5 Verificación de la calibración

Analizar el material de referencia de 50 mg/Kg. Calcular el error relativo para cada uno de los componentes utilizando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ error relativo} = \frac{R_{inst} - V_{est}}{V_{est}} \times 100$$

Donde :

R_{inst} = Resultado del instrumento

V_{est} = Valor estándar

El error relativo máximo de cada uno de los componentes debe ser de $\pm 10\%$.

7.5.5.6 Análisis de la muestra

Pesar $5,0 \pm 0,5$ g de muestra en una botella de 30 mL previamente pesada, registrar la masa con una exactitud de 0,000 1 g.

Medir con pipeta 10 mL de disolución de extracción, y adicionarlos en la botella pesada.

Colocar una barra de agitación magnética, tapar la botella y agitar durante 10 min.

Dejar reposar la muestra durante 20 min para permitir la separación en dos capas.

Inyectar 1,0 μ L de la capa superior en un cromatógrafo de gases y operar el instrumento.

7.5.6 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la concentración de cada componente utilizando la siguiente ecuación:

$$C_i = \frac{R_i \times A_i \times E_i \times C_{ESTI} \times 10,42 \times 100}{A_{ESTI} \times m_m \times ST}$$

Donde:

C_i = Concentración del componente en la muestra en mg/kg

R_i = Factor de respuesta para cada componente

A_i = Área del pico de cada componente

E_i = Eficiencia de extracción para cada componente (incluida abajo)

C_{ESTI} = Concentración del estándar interno de ciclohexanona en el disolvente de extracción en mg/kg.

A_{ESTI} = Área bajo la curva del estándar interno de ciclohexanona

m_m = Masa de la muestra en g 10,42 = Masa de la disolución de extracción en g

ST = Sólidos totales de la muestra en por ciento, obtenido en 7.2.5

<u>Componente</u>	<u>Eficiencia de extracción</u>
EPI	1,045
DCIPA	1,053
DCPA	1,053
DIOL	1,822

7.6 Determinación del contenido de cloruros (método de Mohr)

El cloruro está presente prácticamente en todas las aguas, y la concentración de cloruros puede ser muy baja o muy alta. Algunas soluciones de productos también contienen cloruros cuya concentración da una referencia del contenido de material activo.

El presente método cubre la determinación de cloruros por titulación con nitrato de plata en disolución acuosa, en el intervalo de pH de 6,0 a 8,5; se utiliza un indicador preparado con cromato de potasio. El punto final de la titulación se observa cuando la disolución cambia de color amarillo a rojo ladrillo.

7.6.1 Principio

El método de Mohr se basa en la reacción del indicador cromato de potasio, con el primer exceso de nitrato de plata estandarizado, el cual forma un precipitado rojo insoluble de cromato de plata en el punto final de la titulación.

Debido a la baja solubilidad del cloruro de plata, todo el cloruro reacciona con el nitrato de plata antes de formar alguna cantidad de cromato de plata.

El método de Mohr está sujeto a interferencias de bromuros, yoduros, tiocianatos, tiosulfatos, fosfatos, carbonatos y sulfitos los cuales precipitan con los iones plata. Normalmente no se requiere compensar por yoduros y bromuros por no estar presentes en suficiente cantidad para afectar los resultados del cloro. Los sulfitos son removidos acidificando e hirviendo la disolución con ácido nítrico.

Los tiocianatos y tiosulfatos raramente están presentes, pero interferirían formando un complejo soluble de plata. El hierro, bario, y bismuto precipitan con el indicador de cromato, de éstos, el hierro es el más frecuente y es necesario removerlo por precipitación con hidróxido o peróxido de sodio y posterior filtración.

7.6.2 Reactivos

Nitrato de plata (AgNO_3)
 Cloruro de sodio (NaCl) estándar primario
 Cromato de potasio o sodio disolución al 5 %

7.6.3 Material

Matraces volumétricos
 Pipetas graduadas de 10 mL ,1/10 y volumétricas de 25 mL
 Matraces Erlenmeyer, 125 mL
 Bureta de 10 mL (micro) ó semimicro de 25 mL
 Plato caliente

7.6.4 Aparatos e instrumentos

Parrilla de agitación y barras magnéticas recubiertas de teflón
 Balanza analítica con precisión de 0,0001g

7.6.5 Procedimiento

7.6.5.1 Preparación de disolución de nitrato de plata (AgNO_3) 0,1N

Secar 18 g de AgNO_3 durante una hora a 150 °C, y después de este tiempo colocar en un desecador.

Pesar 16,994 g de AgNO_3 procurando la mayor precisión y transferir a un matraz volumétrico de 1000 mL y llevar al aforo con agua destilada.

Nota: como la acción de la luz afecta al nitrato de plata (AgNO_3), es aconsejable conservar sus soluciones en frascos de vidrio ámbar, o en su lugar en frascos forrados con papel oscuro.

7.6.5.2 Manejo de cloruro de sodio (NaCl)

Secar el NaCl Q.P. en una estufa a 120 °C por una hora, después colóquelo en un desecador.

7.6.5.3 Valoración de la disolución de AgNO₃

Pesar en un matraz Erlenmeyer con exactitud hasta mg de 0,1 a 0,15 g de NaCl, disuelva en 75 mL de agua destilada, adicione 0,5 mL de indicador de cromato de potasio y titule con la disolución de AgNO₃ al cambio de amarillo a rojo ladrillo.

Obtener la concentración de la disolución con la siguiente ecuación:

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{m_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3} \times 0,0585}$$

Donde:

C_{AgNO_3} = Concentración de nitrato de plata, en miliequivalentes/L

m_{NaCl} = Masa del cloruro de sodio, en g

V_{AgNO_3} = Volumen de nitrato de plata (AgNO₃ 0,1 N) empleado en la titulación, en mL

0,0585 = Masa del miliequivalente de cloruro de sodio (NaCl), en g/ miliequivalente

7.6.5.4 Análisis de la muestra

- 1) Pesar 2,5 g de producto con aproximación de 0,0001 g, dentro de un vaso de precipitado y diluir con 50 mL de agua destilada; registrar la masa de la muestra.
- 2) Ajustar el pH de 6,0 a 8,5 con bicarbonato de sodio o ácido nítrico diluidos en agua destilada.
- 3) Transferir cuantitativamente esta disolución a un matraz volumétrico de 100 mL.
- 4) De la disolución anterior tomar una alícuota de 25 mL y adicionar 3 a 6 gotas de indicador de cromato de potasio.
- 5) Titular con nitrato de plata estandarizado al primer cambio a rojo ladrillo permanente de cromato de plata, registrar el volumen empleado.

7.6.6 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la concentración de cloruros utilizando la siguiente ecuación:

$$C_{\text{Cl}^-} = \frac{(V_{\text{AgNO}_3} \times N_{\text{AgNO}_3}) \times 14,2}{m_m}$$

Donde:

C_{Cl^-} = Concentración de cloruros, en porcentaje

V_{AgNO_3} = Volumen de nitrato de plata (AgNO₃ 0,1 N) gastado para la titulación, en mL

N_{AgNO_3} = Normalidad del nitrato de plata

m_m = Masa de la muestra utilizada para la dilución en el paso No. 1, en g

14,2 = Factor que incluye 100 veces el miliequivalente del ion cloruro y el factor de dilución

Nota: para expresar en mg/kg (ppm), multiplique por 10 000 el resultado obtenido en porcentaje.

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.
- Con relación a 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 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 las poliaminas se entregan en envase debe indicarse 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 las poliaminas se entregan en un envase de cualquier naturaleza y cuyo contenido puede ser variable, se debe incorporar en la factura o remisión la siguiente información.

- 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/NSF 60 – 2000 Drinking water treatment chemicals-Health effects, American National Standard/NSF International Standard, U.S.A., 2000.

European Standard EN 1409:1998 Chemicals used for treatment of water intended for human consumption-Polyamines.

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

Modificación a la Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-1994, Salud ambiental. Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización.

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.

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**