

## **PROY-NMX-AA-136-SCFI-2006**

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

## **POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN CONSUMPTION- POLY (DIALLYLDIMETHYLAMMONIUM CHLORIDE) -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.

El policloruro de dialildimetilamonio (poli-DADMAC) es un polímero que se emplea en el tratamiento de potabilización para coagular y flocular material coloidal, así como partículas suspendidas finas, para facilitar su remoción. Los poli-DADMAC se utilizan generalmente en la corriente principal de tratamiento de clarificación y filtración, donde pueden ser usados solamente 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 debe cumplir el policloruro de dialildimetilamonio 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 oficiales mexicanas y normas 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:

**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 contiene más de una sustancia, por conveniencia una o más sustancia(s) es llamada disolvente, es tratada en forma diferente de las otras sustancias, las cuales son llamadas soluto.

**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.

**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:** 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.

#### **4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO**

El poli-DADMAC es manufacturado a partir del monómero del cloruro de dialildimetilamonio, por iniciación de la polimerización por radicales libres en medio acuoso; se encuentran disponibles en forma sólida y como disolución acuosa. Es comercializado con diferentes grados de calidad.

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

##### **4.1 Nombre químico**

- a) Homopolímero de cloruro de 2-Propen-1-amino,N,N-dimetil-N-2-propenilo.

##### **4.2 Sinónimo o nombres comunes**

Policloruro de dialildimetilamonio  
Policloruro de dimetildialilamonio  
Poli-DADMAC

#### 4.3 Fórmula química

$-(C_8H_{16}NCl)_n-$

#### 4.4 Masa molecular

Típicamente en el intervalo de 20 000 a un millón

#### 4.5 Número de registro del CAS

26062-79-3

#### 4.6 Referencia del EINECS

No existe para el polímero  
Para el monómero: 230-993-8

#### 4.7 Designación numérica de las Naciones Unidas

Sin designación

#### 4.8 Propiedades físicas

El Poli-DADMAC, como se especifica en este documento, es una disolución acuosa.

##### 4.8.1 Densidad

La densidad de la disolución depende de su concentración. Un valor típico es de 1,09 g/mL para una disolución de poli-DADMAC al 40% a 20°C.

##### 4.8.2 Solubilidad en agua

El producto es miscible en agua a cualquier concentración.

#### 4.9 Propiedades químicas

El poli-DADMAC es un material no peligroso y sin reactividad intrínseca. Sin embargo, al igual que muchos otros compuestos químicos orgánicos, es susceptible de sufrir reacciones exotérmicas si se pone en contacto con ácidos fuertes o agentes oxidantes fuertes.

### 5 ESPECIFICACIONES

#### 5.1 Apariencia

El producto es un líquido de incoloro a ámbar.  
Al examen visual, el poli-DADMAC no debe presentar geles u otros materiales extraños.

## **5.2 Contenido de sólidos totales**

Deberá estar en un intervalo de 18 a 42%.

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 determinar el pH está descrito en el punto 7.1 de esta norma.

## **5.4 Pureza (concentración del ingrediente activo)**

La concentración del ingrediente activo deberá estar en el intervalo de 18 a 42 %.

El método de prueba para determinar la pureza está descrito en el punto 7.3 de esta norma.

## **5.5 Viscosidad**

De 0,3 a 12 Pa.s (300 a 12 000 cP).

El método de prueba para determinar la viscosidad está descrito en el punto 7.4 de esta norma.

## **5.6 Monómero de DADMAC residual**

El contenido de monómero de dialildimetilamonio en el poli-DADMAC no debe exceder 5 000 mg/kg de producto activo. El método de prueba para determinar monómero residual está descrito en el punto 7.5 de esta norma.

## **5.7 Impurezas en general**

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

# **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 o contenedores**

Se deberá obtener una muestra compuesta del poli-DADMAC envasado, 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  $\mu\text{S}$  ( $\mu\Omega^{-1}$  o  $\mu\text{mho}$ ).

### 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 el valor obtenido y expresar 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  $110 \pm 1$  °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 durante 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 de la cápsula con muestra húmeda, en gramos

$m_3$  = Masa de la cápsula más la muestra seca, en gramos.

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, poliDADMAC, en una muestra de producto es determinada mediante un procedimiento en el que se asume que el producto es una disolución acuosa que contiene poliDADMAC, monómero de dialildimetilamonio y sales metálicas inorgánicas.

### 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.

El contenido activo, expresado como porcentaje en masa de poliDADMAC está dado por la expresión:

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

Donde:

$C_p$  = Contenido de poliDADMAC, en por ciento.

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

$C_{Cl^-}$  = Contenido de cloruros, en por ciento.

$C_m$  = Concentración de monómero residual 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

Aguja 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.

**NMX-AA-000-SCFI-2005**

- 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. 2**

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. 3**

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. 3, para el cálculo del límite de error se utilizará la siguiente ecuación:

Límite de error = 0,01 x Viscosidad real del estándar + Factor por aguja y velocidad de la Tabla No. 4

- 8) Restar el resultado obtenido del estándar para obtener el error. El error debe estar dentro del límite indicado en la Tabla No. 3 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. 4) para obtener el valor de viscosidad en centipoise (cP) y convertir a Pa.s dividiendo el valor entre 1 000.

**Tabla No.4 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 monómero de DADMAC residual

Este método se emplea para medir el monómero de DADMAC residual en muestras de poli- DADMAC.

##### 7.5.1 Principio

La cromatografía de fase inversa de par iónico en líquidos, IPC (por sus siglas en inglés), es la técnica utilizada para el análisis. Desde el momento en que es un método tipo de cromatografía de ión, éste es muy sensible a cambios en la fuerza iónica de la fase móvil. El método no es muy sensible a los cambios de pH porque la mayoría de los componentes en la muestra son aminas cuaternarias y su ionización no es afectada por el pH. El disolvente contiene un amortiguador de acetato de sodio/ácido acético el cual es usado para regular el pH y fijar la fuerza iónica del disolvente. El disolvente es almacenado en una botella de vidrio ámbar para prevenir el crecimiento de algas.

##### 7.5.2 Reactivos

Agua desionizada

Metanol, grado cromatografía de líquidos de alta pureza (HPLC, por sus siglas en inglés)

Ácido acético glacial

Acetato de sodio anhidro

Acetonitrilo, grado cromatografía de líquidos de alta pureza (HPLC, por sus siglas en inglés)

Cloruro de bencil trimetil amonio (BTAC, por sus siglas en inglés), pureza mínima 97 %

Monómero de DADMAC, ensayo mínimo de 60%

### 7.5.3 Materiales

Vaso de precipitado de 5000 mL

Pipetas clase A

### 7.5.4 Aparatos e instrumentos

Cromatógrafo de líquidos de alta presión, equipado con detector de UV de longitud de onda variable, inyector con línea de transferencia (loop) de 20  $\mu$ l e integrador.

Columna de cromatografía de líquidos (LC), con empaque de fenil, con forma de partícula irregular y tamaño de 10  $\mu$ m, tamaño de poro de 125 Å (Å=10<sup>-10</sup> m), con área superficial de 330 m cuadrados por gramo, 9,3% de carga de carbón, y volumen de poro de 1 mL/g.

Columna guarda cartuchos de cromatografía de líquidos (LC), con empaque de fenil.

Botella de pesado de 70 mL, (40x80) con junta esmerilada tipo macho

Jeringa de cromatografía de líquidos (LC), de 50  $\mu$ L de vidrio con émbolo de acero

Agitador magnético y barra de agitación

Balanza analítica con precisión de 0,000 1g

### 7.5.5 Procedimiento:

#### 7.5.5.1 Condiciones de operación

Flujo: 1,3 mL/min

Detector: UV 254 nm

Velocidad de la carta (Chartspeed): 0,5 cm/min

#### 7.5.5.2 Preparación del disolvente de fase móvil

- 1) Colocar algunos gramos de cloruro de bencil trimetil amonio (BTAC) en un recipiente de aluminio para pesar, moler los granos grandes. Colocar el BTAC en un horno a 105 °C durante 30 min como mínimo para eliminar la humedad. Dejar el BTAC en el horno hasta que se utilice. Si se está realizando más de una corrida de disolvente, regresar el BTAC al horno hasta que se requiera para la próxima corrida.
- 2) Colocar el vaso de 5 000 mL completamente limpio y enjuagado con tres porciones de agua desionizada en una báscula que pese cantidades grandes y tararlo.
- 3) Pesar 4 000  $\pm$  20 g de agua desionizada en el vaso.
- 4) Colocar una barra de agitación larga en el vaso y colocarlo en el agitador magnético, agitar el contenido a velocidad moderada tal que el fondo del vórtice esté aproximadamente a 5,08 cm debajo de la superficie del líquido.
- 5) Adicionar con pipeta 20 mL de metanol en el vaso.
- 6) Adicionar con pipeta 60 mL de acetonitrilo en el vaso, utilizar primeramente una pipeta de 50 mL y luego otra de 10 mL.
- 7) Adicionar con pipeta 4 mL de ácido acético glacial en el vaso.
- 8) Pesar 5,74  $\pm$  0,0200 g de acetato de sodio en un recipiente de aluminio previamente tarado en una balanza analítica.

- 9) Verter el acetato de sodio en el vaso, mezclar por algunos segundos, sumergir el recipiente de pesado en el líquido y enjuagarlo con la disolución, hasta asegurarse que todo el acetato de sodio fue transferido.
- 10) Pesar  $0,600 \pm 0,0100$  g de BTAC seco en un recipiente de aluminio previamente tarado en una balanza analítica.
- 11) Verter el BTAC en el vaso; mezclar por algunos segundos y luego sumergir el recipiente de pesado en el líquido y enjuagar el interior del recipiente con la disolución, asegurarse que todo el BTAC fue transferido.
- 12) Esperar que el disolvente se mezcle por al menos 10 minutos, para que los sólidos se disuelvan completamente.
- 13) Almacenar el disolvente en una botella de vidrio ámbar de 5 L enjuagada con una pequeña porción de disolvente.
- 14) El disolvente se puede almacenar hasta por 4 meses.

#### 7.5.5.3 Preparación del material de referencia

- 1) Disolución madre de monómero de 5 000 mg/L

a) Calcular la masa de monómero de DADMAC con base en su pureza utilizando la siguiente ecuación:

$$m = 50/P$$

Donde:

m = Masa del monómero en g

P = Pureza del monómero en por ciento

- b) Pesar la cantidad calculada de monómero lo más cercano a 0,0001 g en un matraz volumétrico de 100 mL. Registrar la masa
- c) Agregar aproximadamente 50 mL de agua desionizada al frasco y agitar para mezclar, llevar al aforo con agua desionizada; tapan el matraz e invertir algunas veces para mezclarlo.
- d) Calcular la concentración en mg/L de monómero utilizando la siguiente ecuación. Registrar la concentración sin decimales.

$$C_M = 100 \times m \times P$$

Donde:

$C_M$  = Concentración de monómero en la disolución madre, en mg/L

m = Masa del monómero en g

P = Pureza del monómero en por ciento

- 2) Disolución del monómero de 500 mg/L

- a) Medir con pipeta 20 mL de la disolución madre del monómero en un matraz volumétrico de 200 mL.
- b) Llevar al aforo con agua desionizada. Tapar el matraz e invertir algunas veces para mezclarlo.

- c) Concentración de monómero en mg/L =  $0,02 \times C_M$  donde  $C_M$  es la concentración de la disolución madre.  
Expresar el valor en mg/L con 1 decimal
- 3) Disolución de 100 mg/L
- a) Agregar 50 mL de la disolución de monómero de 500 mg/L utilizando una pipeta en un matraz aforado de 250ml.  
b) Diluir a la marca del aforo. Agitar varias veces para asegurar buen mezclado.  
c) Concentración del monómero en mg/L =  $0,02 \times C_M$  donde  $C_M$  es la concentración de la disolución madre en mg/L. Expresar el valor en mg/L con 1 decimal.
- 4) Disolución de 50 mg/L
- a) Agregar 10 mL de la disolución de monómero de 500 mg/L utilizando una pipeta en un matraz aforado de 100 mL.  
b) Diluir a la marca del aforo. Agitar varias veces para asegurar buen mezclado.  
c) Concentración del monómero en mg/L =  $0,01 \times C_M$  donde  $C_M$  es la concentración de la disolución madre en mg/L. Expresar el valor en mg/L con 1 decimal.

Nota: Todas las disoluciones deben ser almacenadas en frascos ámbar, sellados y refrigerados, en estas condiciones la vida de anaquel es de 18 meses.

### Preparación de la curva de Calibración

Inyectar las disoluciones de monómero de 500, 100 y 50 mg/L 3 veces cada una. Calcular el factor de respuesta (R) para la siguiente ecuación utilizando mínimos cuadrados:

$$C = R_1 \times H + R_2 \times H^2$$

Donde:

C = Concentración de monómero, en mg/L  
R<sub>1</sub> = Factor de respuesta del término lineal  
R<sub>2</sub> = Factor de respuesta del término de curvatura  
H = Altura del pico según el integrador

### Revisión de la curva de calibración

Inyectar la disolución de 100 mg/L. Calcular la diferencia entre el resultado experimental y la concentración de la disolución. El resultado deberá estar entre +/- 10 mg/L.

### Análisis de la muestra

1. Asegurarse que la muestra sea homogénea
2. Ajustar el flujo a 1,30 mL/min
3. Tarar un recipiente de 70 mL
4. Pesarse la muestra de polímero para el análisis en base a su contenido de sólidos. Usar la siguiente ecuación para determinar la cantidad de polímero a ser empleado:

$$m_m = \frac{40}{ST}$$

$m_m$  = Masa de la muestra, en g

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

Pesar la muestra según la ecuación anterior +/-0,2 g. Expresar la masa con precisión de 0,000 1g.

5. Agregar agua desionizada hasta llevar a una masa total (agua mas muestra) de 50 +/- 0,5 g
6. Agitar utilizando un agitador magnético a suficientes revoluciones por minuto para generar un vórtice de 1,27 cm a partir de la superficie del líquido.
7. Inyectar aproximadamente 50 µL de la muestra al cromatógrafo (LC) y comenzar la medición.

#### 7.5.6 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la concentración de monómero en la muestra, en por ciento utilizando la siguiente ecuación:

$$C_m = \frac{R_1 \times H + R_2 \times H^2}{2 \times m_m \times ST}$$

Donde:

$C_m$  = Contenido de monómero en la muestra, en por ciento

$R_1$  = Factor de respuesta lineal

$R_2$  = Factor de respuesta de curvatura

H = Altura del pico obtenida del integrador

$m_m$  = Masa de la muestra en g

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

Expresar los resultados con 2 decimales. Informar como “no detectado” si el resultado es < 0,10 por ciento

#### 7.6 Determinación del contenido de cloruros (método de Mohr)

## NMX-AA-000-SCFI-2005

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, 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 ( $\text{AgNO}_3$ )

Cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ) 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 ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,1N

Secar 18 g de  $\text{AgNO}_3$  durante una hora a  $150^\circ\text{C}$ , y después de este tiempo colocar en un desecador.

Pesar 16,994 g de  $\text{AgNO}_3$  procurar 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 ( $\text{AgNO}_3$ ), es aconsejable conservar las soluciones en frascos de vidrio ámbar o en frascos forrados con papel oscuro.

#### 7.6.5.2 Manejo de cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ )

Secar el  $\text{NaCl}$  en una estufa a  $120^\circ\text{C}$  por una hora, después colóquelo en un desecador.

#### 7.6.5.3 Valoración de la disolución de $\text{AgNO}_3$

Pesar en un matraz Erlenmeyer con exactitud hasta mg de 0,1 a 0,15 g de  $\text{NaCl}$ , disolver en 75 mL de agua destilada, adicionar 0,5 mL de indicador de cromato de potasio y titular con la disolución de  $\text{AgNO}_3$  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:

$C_{\text{AgNO}_3}$  = Concentración de nitrato de plata, en miliequivalentes/L

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

$V_{\text{AgNO}_3}$  = Volumen de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$  0,1 N) empleado en la titulación, en mL

0,0585 = Masa del miliequivalente de cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ), en g

#### 7.6.5.4 Análisis de la muestra

- 1) Pesar 2,5 g. de producto con una aproximación de 0,0001 g dentro de un vaso de precipitado y diluir con 50 mL de agua destilada; registre 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:

$$C_{Cl^-} = \frac{(V_{AgNO_3} \times N_{AgNO_3}) \times 14,2}{m_m}$$

Donde:

$C_{Cl^-}$  = Contenido de cloruros, en por ciento

$V_{AgNO_3}$  = Volumen de nitrato de plata ( $AgNO_3$  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 por ciento.

**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 poli-DADMAC se entrega 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 el poli-DADMAC 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.

- 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 1408:1998 Chemicals used for treatment of water intended for human consumption-Poly(diallyldimethylammonium chloride).

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**

**MMIGUEL AGUILAR ROMO  
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**