

PROY-NMX-AA-137-SCFI-2006

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

POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN COMSUMPTION- POLYACRYLAMIDAS-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.

KEMWATER DE MÉXICO, 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 poliacrilamidas aniónicas catiónicas y no iónicas se emplean en el tratamiento de potabilización de agua para facilitar la remoción de material coloidal y partículas finas en suspensión. Su uso resulta efectivo para la remoción de color y turbidez cuando se usan junto con sales metálicas. Las poliacrilamidas se usan en la corriente principal durante la clarificación y filtración, donde usualmente refuerzan la acción de sales metálicas para coagular/flocular. También se usan en corrientes secundarias de a) asentamiento y adelgazamiento de lodos de clarificación y aguas de lavado y b) deshidratado de lodos, donde usualmente se usan sólo como floculantes.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece las especificaciones que deben cumplir las poliacrilamidas 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 contiene 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

Pueden ser:

- A) Aniónicas
- B) No iónicas
- C) Catiónicas

Las poliacrilamidas aniónicas son manufacturadas partiendo de monómero de acrilamida y de un monómero aniónico, siendo los más comunes el acrilato de sodio y el acrilato de amonio.

Las poliacrilamidas no iónicas se preparan partiendo del monómero de acrilamida. Generalmente tienen una ligera carga aniónica debido a su tendencia a hidrolizarse durante la polimerización, por lo que varían en esta débil carga aniónica y en su grado de polimerización.

Las poliacrilamidas catiónicas se producen por la copolimerización de monómero de acrilamida y un monómero acrílico catiónico. Varían con respecto a su relación de unidades de monómero no iónico (acrilamida) a grupos de monómero catiónico, así como en su grado de polimerización, mismo que determina su masa molecular relativa.

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

4.1 Nombre químico

- a) Copolímero de acrilamida y sal ácida de acrílico, homopolímero de acrilamida.
- b) Copolímero de acrilamida y sal ácida de acrílico, homopolímero de acrilamida.
- c) Copolímero de acrilamida y amino éster, copolímero de acrilamida y amida.

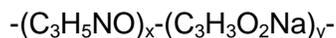
4.2 Sinónimo o nombres comunes

- a) Poliacrilamida aniónica.
- b) Poliacrilamida no iónica.
- c) Poliacrilamida catiónica.

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

4.3 Fórmula química

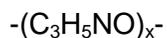
a) Poliacrilamida aniónica.



donde:

x, y son variables dependiendo del producto.

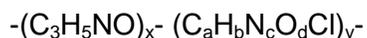
b) Poliacrilamida no iónica.



donde:

x es variable dependiendo del producto.

c) Poliacrilamida catiónica.



donde:

a, b, c, d son variables dependiendo del monómero catiónico
 x, y son variables dependiendo del producto.

4.4 Masa molecular

Típicamente en el rango de 1 millón a 20 millones

4.5 Número de registro del CAS

a), b)

25085-02-3;

9003-05-8; AWWA la menciona como acrilamida no indica carga

9003-04-7.

c) para polímeros de poliacrilamidas catiónicas.

69418-26-4;
26006-22-4;
35429-19-7
25568-39-2
60162-07-4
51410-72-1
52285-95-7
68227-15-6
55216-72-3
26796-75-8
45021-77-0

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

4.6 Referencia del EINECS

No existen.

4.7 Designación numérica de las Naciones Unidas

Sin designación

4.8 Propiedades físicas

4.8.1 Densidad aparente

Típicamente de 0,5 g/cm³ a 0,8 g/cm³ a 20°C.

4.8.2 Solubilidad en agua

Producto soluble en agua fría. Su solubilidad está limitada sólo por viscosidad, la concentración típica de trabajo es de 1 g/L.

4.9 Propiedades químicas

Las poliacrilamidas catiónicas, aniónicas y no iónicas son materiales no peligrosos sin reactividad intrínseca.

Sin embargo, al igual que muchos otros compuestos orgánicos, puede reaccionar de manera fuerte y exotérmica si se pone en contacto con un ácido o agente oxidante fuerte.

Nota: Diluidas en agua pueden reaccionar o ser destruidas por alguno de los agentes desinfectantes u oxidantes usados en la potabilización de agua.

5 ESPECIFICACIONES

5.1 Apariencia

Sólido blanco o blanquecino en forma de gránulos, hojuelas o polvo.
Al examen visual, las poliacrilamidas no deben presentar materiales extraños.

Tamaño de partícula

El 98% de lo gránulos deberá pasar a través de la malla 10 (2mm), no más del 10% deberá pasar a través de la malla 100 (0.150mm).

El método de prueba para determinación del tamaño de partícula está descrito en el punto 7.1

5.2 Concentración del ingrediente activo

La concentración mínima del ingrediente activo es de 86 %.

El método de prueba para determinación del ingrediente activo está descrito en el punto 7.2 de esta norma.

5.3 pH

El pH para soluciones de poliacrilamidas con concentración de 5 g/L:

Catiónicas	2,50 a 4,50
Aniónicas	4,00 a 9,00
No iónicas	4,00 a 6,00

El método de prueba para determinación del pH está descrito en el punto 7.3 de esta norma

5.4 Impurezas (determinación de monómero residual de poliacrilamida catiónica, aniónica y no iónica)

Los productos no deben contener más de 250 mg de monómero de acrilamida por kilogramo de producto.

El método de prueba para poliacrilamida catiónica está descrito en el punto 7.4 y para poliacrilamidas aniónica y no iónica en el punto 7.5 de esta norma.

5.6 Impurezas en general

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

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 sólidos a granel

Se deberá obtener una muestra compuesta mediante la selección de cinco muestras individuales de 100 g aproximadamente, las muestras serán tomadas ya sea a diferentes niveles o sectores del recipiente de almacenamiento a granel, o durante el llenado en cinco diferentes momentos espaciados proporcionalmente. Las muestras individuales se deberán combinar y mezclar completamente, para formar una muestra compuesta 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.

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

6.2 Muestreo de envases

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

La muestra se vaciará en tres recipientes herméticos de vidrio o de otro material adecuado, de 160 g aproximadamente, a prueba de humedad y sellados. Cada recipiente

estará claramente etiquetado con el nombre del producto, tipo del contenedor muestreado, nombre del productor, datos del muestreo, lugar de producción y muestreo, número de lote y la firma del responsable del muestreo.

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

7 MÉTODOS DE PRUEBA

Todos los reactivos deben ser grado reactivo analítico, 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 μmho).

7.1 Determinación de la distribución del tamaño de partícula

7.1.1 Principio

Determinación de la distribución del tamaño de partícula de una muestra representativa de polímero en polvo y productos molidos.

7.1.2 Material

Tamices metálicos (diámetro = 200 mm) con los siguientes tamaños de malla: malla 10 (2mm) y malla 100 (0,15mm)

7.1.3 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica (con precisión de 0,01g)
Tamizador automatico.

7.1.4 Procedimiento

7.1.4.1 Condiciones de operación

Parámetros del tamizador para productos:

Amplitud: 1,50 mm/g

Intervalo: 2 s

Tiempo: 10 min

7.1.4.2 Tratamiento de la muestra

Una muestra de polvo es pesada y tamizada en un arreglo de tamices en un tamizador. Se toman 100 g de muestra y se tamiza durante 10 minutos.

La cantidad de polvo retenido en cada uno de los tamices se pesa y se expresa como porcentaje total de la muestra.

7.1.5 Cálculos y expresión de los resultados

El polvo retenido al final de la prueba en cada tamiz es pesado y se registra de la siguiente manera:

$$mrt = \frac{m_i}{m} \times 100$$

mrt = masa retenida en cada tamiz en por ciento.

m_{10} = masa del polvo retenido en tamiz 10 en g

m_{100} = masa del polvo retenido en tamiz 100 en g

$m_i = m_{10}$ y m_{100} para tamiz 10 y tamiz 100 respectivamente

m = masa total de la muestra en g

7.2 Determinación de la concentración del ingrediente activo (mediante el contenido de sólidos totales)

7.2.1 . Principio

Todos los compuestos volátiles de una muestra pueden ser eliminados por algún procedimiento de calentamiento del producto. Los resultados obtenidos por estos métodos son equivalentes, en este caso se utiliza una mufla.

7.2.2 Material

Gel de sílice seca

Desecador

Plato de aluminio ($\varnothing = 6.5$ cm; H = 2 cm)

7.2.3 Aparatos e instrumentos

Balanza analítica con precisión de 0,001 g

Mufla

7.2.4 Procedimiento

Pesar con precisión mas cercana a 0,001g el plato de aluminio (m_1)

Agregar al plato 10 g de muestra y pesar de nuevo. (m_2).

Colocar la muestra en la mufla a 120 °C

Dejar secar por 2 horas

Después de 2 horas sacar la muestra de la mufla y dejar enfriar en el desecador con gel de sílice seca

Pesar el plato de aluminio (m_3).

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 g.

m_2 = Masa de la cápsula con muestra húmeda, en g.

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

El resultado debe expresarse con dos decimales

7.3 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 2,5 – 10,0.

7.3.1 Principio

Se basa en la determinación de iones hidronio.

7.3.2 Reactivos

Estándares de soluciones amortiguadoras de pH 4,00 y 7,00, 10,00; trazables a CENAM o a otro instituto autorizado.

Agua reactivo

7.3.3 Material

Material de vidrio de uso común en el laboratorio

7.3.4 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

7.3.5 Procedimiento

7.3.5.1 Calibración

Antes de la determinación calibrar con soluciones amortiguadoras de pH 4,00, 7,00 y 10.00. Después de la calibración medir las soluciones amortiguadoras; las lecturas deben tener una precisión de +/- 0,14.

7.3.5.2 Análisis de la muestra

Para muestras que requieran dilución.

Preparar una disolución de muestra de 5 g/L, diluir 1,0 g de muestra seca en 200 mL de agua deionizada mientras se está agitando con el agitador magnético.

Agregar lentamente la muestra en el vórtice y continuar agitación hasta su dilución total.

Una vez disuelto la muestra medir el pH de la disolución.

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, expresar los resultados con una cifra decimal.

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

7.3.6 Cálculos y expresión de los resultados

Los resultados se expresan con una cifra decimal.

7.4 Determinación de monómero residual de poliacrilamida catiónica

7.4.1 Principio

El monómero de acrilamida se extrae de la muestra de poliacrilamida catiónica, empleando una mezcla de agua y acetona, la cual suaviza el polímero pero no lo disuelve. El extracto se analiza por cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC, por sus siglas en inglés), usando detección ultravioleta. La identificación y cuantificación se realiza por comparación con un estándar externo.

7.4.2 Reactivos

Helio, gas de alta pureza, con presión en línea de 0,0069 kPa
Monómero de acrilamida, grado electroforesis
Acetona, grado cromatografía de líquidos de alta pureza (HPLC, por sus siglas en inglés)
Ácido fosfórico, 88%, densidad 1,75 g/ mL
Dihidrógeno fosfato de sodio dihidratado

7.4.3 Material

Botellas de vidrio de aproximadamente 125 mL de capacidad, provistas de tapa roscada con septa recubierta con película de politetrafluoroetileno (PTFE).

Agitador de laboratorio

Probetas graduadas

Pipetas, con precisión de 0.03 mL, con accesorio para llenado.

Microjeringa graduada en μL (10^{-6} L)

Jeringas de 2 mL de capacidad

Filtros desechables para jeringa, de 25 mm de diámetro y tamaño de poro de 0.45 μm , con membrana de fluoruro de polivinilideno,

Molino de laboratorio o mortero con pistilo.

Malla metálica, con apertura de 1000 μm .

7.4.4 Aparatos e instrumentos

Cromatógrafo de líquidos de alta resolución, equipado con sistema de bombeo para entregar disolvente a flujo constante, válvula de inyección de muestra con línea de transferencia (loop) de 5 μL , horno para columna y detector espectrofotométrico de longitud de onda variable de luz ultravioleta, integrador o registrador.

Columna cromatográfica de 150 mm x 4,6 mm con empaque de 5 μm .

Electrodo para pH.

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

Balanza analítica, con exactitud de 0,1 mg

7.4.5 Procedimiento

7.4.5.1 Condiciones cromatográficas

Analizar el extracto de la muestra, un blanco y la disolución de calibración por HPLC, empleando las siguientes condiciones:

- 1) Fase móvil: 0,02 mol/L de dihidrógeno fosfato de sodio dihidratado.
- 2) flujo de fase móvil: 1,5 mL/min
- 3) temperatura de la columna: 40 °C

- 4) longitud de onda: 220 nm (longitud de máxima absorbancia)

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.

7.4.5.2 Preparación de la fase móvil

- 1) Pesar $6,240 \pm 0,001$ g de dihidrógeno fosfato de sodio dihidratado y disolverlo con aproximadamente 500 mL de agua. Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 2000 mL, llevar al aforo con agua y mezclar.
- 2) Ajustar el pH a 3,0 con ácido fosfórico. Transferir una alícuota del disolvente de fase móvil a un vaso de precipitados para verificar el pH, descartar dicha alícuota, esto evita cualquier contaminación.
- 3) Desgasificar la disolución empleando corriente de helio o agitación en baño ultrasónico.

7.4.5.3 Preparación de disolventes acetona-agua.

Medir 800 mL de acetona en una probeta graduada de 1 L, por otro lado medir 200 mL de agua en una probeta graduada de 250 mL y adicionarla a la acetona. Mezclar completamente, evitando agitación violenta. Desgasificar empleando para ello, una corriente de helio o bien agitación en un baño ultrasónico, guardar en una botella ámbar de vidrio para reactivos.

7.4.5.4 Preparación del material de referencia

- 1 Disolución madre de monómero de acrilamida de 1000 mg/L.
 - a) Pesar 0.5 ± 0.001 g de monómero de acrilamida y disolver en aproximadamente 200 mL de la mezcla acetona-agua.
 - b) Transferir a un matraz volumétrico de 500 mL y aforar con la mezcla. Guardar en una botella para reactivos, de vidrio, bien cerrada y mantener en refrigeración. Esta disolución es estable como máximo cuatro semanas.

- 2 Disolución estándar de monómero de acrilamida de 100 mg/L

Tomar una alícuota de 25 mL de la disolución madre del monómero y transferirla a un matraz volumétrico de 250 mL, aforar con la mezcla acetona-agua. Esta disolución debe prepararse semanalmente y mantenerse en refrigeración.

7.4.5.5 Análisis de un blanco

Realizar por duplicado la inyección del disolvente acetona-agua, para ello seguir lo indicado en el paso de análisis del extracto, sustituyendo el extracto por la mezcla del disolvente acetona-agua. Obtener un par de blancos por cada lote de muestras.

7.4.5.6 Calibración

Con una jeringa limpia, tomar una alícuota de la disolución estándar del monómero de poli(acrilamida) de 100 mg/L, ajustar filtro y aguja a la jeringa, purgar todo el aire de la jeringa e inyectar la muestra haciéndola pasar a través del filtro. Llenar la línea de transferencia (loop) del inyector (5 µL), dejando pasar previamente una porción del extracto a manera de lavado antes de realizar la inyección. Realizar una calibración cada cuatro o cinco muestras para verificar el desempeño de la columna. Si las áreas de picos obtenidos de manera secuencial varían más de 10%, tomar medidas correctivas, de acuerdo a los procedimientos usuales de HPLC.

7.4.5.7 Preparación de la muestra

Si la muestra contiene más de 10% de partículas con tamaño mayor a 1000 µm, molerla hasta que el material pase una malla de apertura 1000 µm.

7.4.5.8 Análisis de la muestra

Pesar 4 ± 0.001 g de la muestra del polímero (muestra de prueba A) en una botella de vidrio de 125 mL y pipetear sobre ella 40 mL de la mezcla acetona-agua.

Cerrar perfectamente la botella y agitar en un agitador mecánico durante, al menos, 16 horas.

De ser necesario, el extracto líquido obtenido (muestra de prueba B), puede recuperarse usando una jeringa o pipeta. Guardar en un vial en condiciones de refrigeración, por un máximo de una semana, antes de realizar el análisis. (Precaución. El monómero de acrilamida es tóxico y debe ser manejado con cuidado, evitar inhalarlo, contacto con la piel y su ingesta).

Con una jeringa limpia, tomar una alícuota del extracto, ajustar filtro y aguja a la jeringa, purgar todo el aire de la jeringa e inyectar el extracto a través del filtro. Llenar la línea de transferencia (loop) del inyector (5 µL), dejando pasar previamente una porción del extracto a manera de lavado antes de realizar la inyección.

Determinar el área del pico cuyo tiempo de retención coincida con el del estándar de acrilamida. En este procedimiento se considera que la respuesta del detector es una función lineal de la concentración, sin embargo, es responsabilidad del operador verificar esta función obteniendo una curva de calibración.

7.4.6 Cálculos y expresión de los resultados

El contenido residual de monómero de acrilamida, C_A , expresado en mg/kg de polímero se calcula como sigue:

$$C_A = \frac{(A_T - A_B) \times c \times V}{(A_S - A_B) \times m}$$

donde:

C_A = contenido residual de monómero de acrilamida, en mg/kg de polímero

A_T = Área del pico de la muestra de prueba B

A_B = Área del pico de la disolución blanco

A_S = Área del pico de la disolución estándar

c = Concentración de la disolución estándar en mg/L

m = Masa de la muestra de prueba A en g

V = Volumen del disolvente en mL, en este caso $V = 40$ mL

Expresar el resultado aproximando al número entero más cercano.

7.5. Determinación de monómero residual de poliacrilamida aniónica y no iónica

7.5.1 Principio

El monómero de acrilamida se extrae de la muestra ya sea de poliacrilamida iónica o no iónica, empleando una mezcla de agua y metanol, la cual suaviza el polímero pero no lo disuelve. El extracto se analiza por cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC, por sus siglas en inglés), usando detección ultravioleta. La identificación y cuantificación se realiza por comparación con un estándar externo.

7.5.2 Reactivos

Helio, gas de alta pureza, con presión en línea de 0,0069 kPa

Monómero de acrilamida, grado electroforesis

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

Ácido fosfórico, 88%, densidad 1,75 g/ mL

Dihidrógeno fosfato de sodio dihidratado

7.5.3 Material

Botellas de vidrio de aproximadamente 125 mL de capacidad, provistas de tapa roscada con septa recubierta con película de politetrafluoroetileno (PTFE).

Agitador de laboratorio

Probetas graduadas

Pipetas, con precisión de 0,03 mL, con accesorio para llenado.

Microjeringa graduada en μL (10^{-6} L)

Jeringas de 2 mL de capacidad

Filtros desechables para jeringa, de 25 mm de diámetro y tamaño de poro de 0,45 μm , con membrana de fluoruro de polivinilideno,

Molino de laboratorio o mortero con pistilo.

Malla con apertura de 1000 μm .

Matraces volumétricos de 250, 500 y 2000 mL.

7.5.4 Aparatos e instrumentos

Cromatógrafo de líquidos de alta resolución, equipado con sistema de bombeo para entregar disolvente a flujo constante, válvula de inyección de muestra con línea de transferencia (loop) de 5 μL , horno para columna y detector espectrofotométrico de longitud de onda variable de luz ultravioleta, integrador o registrador.

Columna cromatográfica de 150 mm x 4,6 mm con empaque de 5 μm .

Electrodo para pH.

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

Balanza analítica, con exactitud de 0,1 mg

7.5.5 Procedimiento

7.5.5.1 Condiciones cromatográficas

Analizar el extracto de la muestra, un blanco y la disolución de calibración por HPLC, empleando las siguientes condiciones:

- 1) Fase móvil: 0,02 mol/L de dihidrogeno fosfato de sodio dihidratado
- 2) flujo de fase móvil: 1,5 mL/min
- 3) temperatura de la columna: 40 °C
- 4) longitud de onda: 220 nm (longitud de máxima absorbancia)

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.

7.5.5.2 Preparación de la fase móvil

- 1) Pesar $6,240 \pm 0,001$ g de dihidrógeno fosfato de sodio dihidratado y disolverlo con aproximadamente 500 mL de agua. Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 2000 mL, llevar al aforo con agua y mezclar.
- 2) Ajustar el pH a 3,0 con ácido fosfórico. Transferir una alícuota de la disolución a un vaso de precipitados para verificar el pH, descartar dicha alícuota, esto evita cualquier contaminación.
- 3) Desgasificar la disolución empleando corriente de helio o agitación en baño ultrasónico.

7.5.5.3 Preparación de disolventes metanol-agua

Medir 800 mL de metanol en una probeta graduada de 1 L, por otro lado medir 200 mL de agua en una probeta graduada de 250 mL y adicionarla al metanol. Mezclar completamente, evitando agitación violenta. Recordar que se presenta una reducción del volumen. Desgasificar empleando para ello, una corriente de helio o bien agitación en un baño ultrasónico, guardar en una botella ámbar de vidrio para reactivos.

7.5.5.4 Preparación del material de referencia

1 Disolución madre de monómero de acrilamida de 1000 mg/L.

- a) Pesar $0,5 \pm 0,001$ g de monómero de acrilamida y disolver en aproximadamente 200 mL de la mezcla metanol-agua.
- b) Transferir a un matraz volumétrico de 500 mL y aforar con la mezcla. Guardar en una botella para reactivos, de vidrio, bien cerrada y mantener en refrigeración. Esta disolución es estable como máximo cuatro semanas.

2 Disolución estándar de monómero de acrilamida de 20 mg/L

Tomar una alícuota de 5 mL de la disolución madre del monómero y transferirla a un matraz volumétrico de 250 mL, llevar a aforo con la mezcla metanol-agua. Esta disolución debe prepararse semanalmente y mantenerse en refrigeración.

7.5.5.5 Análisis de un blanco

Realizar por duplicado la inyección del disolvente metanol-agua, para ello seguir lo indicado en el paso de análisis de la muestra, sustituyendo el extracto por la mezcla del disolvente metanol-agua. Obtener un par de blancos por cada lote de muestras.

7.5.5.6 Calibración

Con una jeringa limpia, tomar una alícuota de la disolución estándar del monómero de poliacrilamida de 20 mg/L, ajustar filtro y aguja a la jeringa, purgar todo el aire de la jeringa e inyectar la muestra haciéndola pasar a través del filtro. Llenar la línea de transferencia (loop) del inyector (5 μ L), dejando pasar previamente una porción del extracto a manera de lavado antes de realizar la inyección. Realizar una calibración cada cuatro o cinco muestras para verificar el desempeño de la columna. Si las áreas de picos obtenidos de manera secuencial varían más de 10%, tomar medidas correctivas, de acuerdo a los procedimientos usuales de HPLC.

7.5.5.7 Preparación de la muestra

Si la muestra contiene más de 10% de partículas con tamaño mayor a 1000 μ m, molerla hasta que el material pase una malla de apertura 1000 μ m.

7.5.5.8 Análisis de la muestra

Pesar 4 ± 0.001 g de la muestra del polímero (muestra de prueba A) en una botella de vidrio de 125 mL y pipetear sobre ella 40 mL de la mezcla metanol-agua.

Cerrar perfectamente la botella y agitar en un agitador mecánico durante, al menos, 16 horas.

De ser necesario, el extracto líquido obtenido (muestra de prueba B), puede recuperarse usando una jeringa o pipeta. Guardar en un vial en condiciones de refrigeración, por un máximo de una semana, antes de realizar el análisis. (Precaución. El monómero de acrilamida es tóxico y debe ser manejado con cuidado, evitar inhalarlo, contacto con la piel y su ingesta).

Con una jeringa limpia, tomar una alícuota del extracto, ajustar filtro y aguja a la jeringa, purgar todo el aire de la jeringa e inyectar el extracto a través del filtro. Llenar la línea de transferencia (loop) del inyector (5 μ L), dejando pasar previamente una porción del extracto a manera de lavado antes de realizar la inyección.

Determinar el área del pico cuyo tiempo de retención coincida con el del estándar de acrilamida. En este procedimiento se considera que la respuesta del detector es una función lineal de la concentración, sin embargo, es responsabilidad del operador verificar esta función obteniendo una curva de calibración.

7.5.6 Cálculos y expresión de los resultados

El contenido residual de monómero de acrilamida, C_A , expresado en mg/kg de polímero se calcula como sigue:

$$C_A = \frac{(A_T - A_B) \times c \times V}{(A_S - A_B) \times m}$$

donde:

C_A = contenido residual de monómero de acrilamida, en mg/kg de polímero

A_T = Área del pico de la muestra de prueba B

A_B = Área del pico de la disolución blanco

A_S = Área del pico de la disolución estándar

c = Concentración de la disolución estándar en mg/L

m = Masa de la muestra de prueba A en g

V = Volumen del disolvente en mL, en este caso $V = 40$ mL

Expresar el resultado aproximando al número entero más cercano.

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 la poliacrilamida se entrega en envase, se 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 la poliacrilamida 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 1409:1998 Chemicals used for treatment of water intended for human consumption- Anionic and non-ionic polyacrilamides.

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

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

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

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

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.

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**