

NMX-AA-124-SCFI-2006

**POTABILIZACIÓN DEL AGUA PARA USO Y CONSUMO
HUMANO – HIPOCLORITOS DE SODIO Y CALCIO –
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA**

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN
CONSUMPTION – SODIUM AND CALCIUM HYPOCHLORITES –
SPECIFICATIONS AND TEST METHODS**

PREFACIO

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

- ARCH QUÍMICA, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUÍMICA
- BUFETE QUÍMICO S.A. DE C.V.
- CERTIFICACIÓN MEXICANA, S.C
- CLORO TEHUANTEPEC, S. A. DE C.V.
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
- GERENCIA REGIONAL DE AGUAS DEL VALLE DE MÉXICO
- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
Sistema de Aguas de la Ciudad de México.
- GRUPO MEXICHEM, S.A. DE C. V.
- INDUSTRIA QUÍMICA DEL ISTMO, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.

- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- PENNWALT, S.A. DE C.V.
- PRODUCTOS QUÍMICOS MARDUPOL, S.A. DE C.V.
- PROVIN INTERNACIONAL, S.A DE C.V.
- SECRETARÍA DE SALUD
Dirección General de Salud Ambiental.
Laboratorio Nacional de Salud Pública.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Referencias	2
3	Definiciones	3
4	Clasificación y designación del producto	4
5	Especificaciones	7
6	Muestreo	9
7	Métodos de prueba	10
8	Medidas de seguridad	38
9	Evaluación de la conformidad	39
10	Marcado, etiquetado y envase	39
11	Bibliografía	40
12	Concordancia con normas internacionales	41



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

POTABILIZACIÓN DEL AGUA PARA USO Y CONSUMO HUMANO – HIPOCLORITOS DE SODIO Y CALCIO – ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA

POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN CONSUMPTION – SODIUM AND CALCIUM HYPOCHLORITES – SPECIFICATIONS AND TEST METHODS

0 INTRODUCCIÓN

La necesidad de abastecer agua para uso y consumo humano, que cumpla con las características organolépticas, microbiológicas y químicas establecidas por la normativa, ha obligado a la implementación de mejoras en los tratamientos de potabilización. En este contexto se hace necesario que, en dichos tratamientos, sean utilizados productos químicos específicos, que no presenten efectos potenciales adversos a la salud.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece las especificaciones que deben cumplir los hipocloritos de sodio y calcio utilizados para la potabilización del agua para uso y consumo humano, así como la metodología de muestreo y los métodos de prueba para determinarlas.

2 REFERENCIAS

Para la correcta interpretación de esta norma, se deben consultarse las siguientes normas oficiales mexicanas y normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:

NOM-003-SCT-2000	Características de las etiquetas de envases y embalajes destinadas al transporte de sustancias, materiales y residuos peligrosos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 20 de septiembre de 2000.
NOM-005-STPS-1998	Relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo para el manejo, transporte y almacenamiento de sustancias químicas peligrosas, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2 de febrero de 1999.
NOM-008-SCFI-2002	Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
NOM-010-STPS-1999	Condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se manejen, transporten, procesen o almacenen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de marzo de 2000.
NOM-017-STPS-2001	Equipo de protección personal-Selección, uso y manejo en los centros de trabajo, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de noviembre de 2001.
NOM-018-STPS-2000	Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de octubre de 2000.
NOM-030-SCFI-1993	Información comercial, declaración de cantidad en la etiqueta – Especificaciones, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 29 de octubre de 1993.
NOM-050-SCFI-2004	Información comercial-Etiquetado general de productos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de junio de 2004.

- NMX-AA-051-SCFI-2001 Análisis de agua - Determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas - Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de agosto de 2001.
- NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma se establecen las siguientes definiciones:

3.1 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 (ver NMX-AA-115-SCFI).

3.2 CAS

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

3.3 Cloro disponible

Se refiere al cloro liberado por la acción de los ácidos hipoclorosos disueltos. Puede ser expresado como por ciento en masa o como concentración en g/L.

3.4 Contenedor

Envase o saco.

3.5 EINECS

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

3.6 Hipocloritos

Se refiere a los hipocloritos de sodio y de calcio.

3.7 Hipoclorito de calcio

Producto químico sólido, en forma granular o tabletas, utilizado como blanqueador en polvo y desinfectante. El principio activo tiene la fórmula química: $\text{Ca}(\text{ClO})_2$, que representa un contenido mínimo de cloro disponible del 65 % en masa.

3.8 Hipoclorito de sodio

Producto químico líquido, utilizado como blanqueador y desinfectante. El principio activo tiene la fórmula química: NaClO , que representa una concentración mínima de cloro disponible de 130 g/L. (11,01% en masa).

3.9 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.

3.10 Solubilidad en agua

Es la capacidad que tiene un compuesto o soluto de disolverse en el agua. Está dada por la relación entre la masa del soluto que es disuelto en un determinado volumen de agua; dicha solubilidad depende directamente de la temperatura e inversamente de la presión.

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

4.1 Nombre químico

- a) Hipoclorito de sodio
- b) Hipoclorito de calcio

4.2 Sinónimos

- a) Hipoclorito
- b) Cloro sólido

- 4.3 Fórmula química
- a) NaClO
 - b) Ca(ClO)₂
- 4.4 Masa molecular
- a) 74,44 g/mol.
 - b) 142,99 g/mol.
- 4.5 Número de registro del CAS
- a) 7681-52-9
 - b) 7778-54-3
- 4.6 Número de registro del EINECS
- a) 231-668-3
 - b) 231-908-7
- 4.7 Designación numérica de las Naciones Unidas
- a) 8.0/1791
 - b) 5.1/1748
- 4.8 Propiedades físicas
- 4.8.1 Densidad
- a) Varía entre 1,13 g/mL y 1,28 g/mL a 20°C
 - b) Densidad aparente:
 - 1) Material granular, aproximadamente 0,8 g/mL
 - 2) Tabletas, 1,9 g/mL.
- 4.8.2 Solubilidad en agua
- a) El producto tiene la capacidad de mezclarse en agua en cualquier proporción.
 - b) 180 g/L a 20 °C.
- 4.8.3 Presión de vapor
- a) Aproximadamente 5,5 kPa a 20°C.
 - b) No aplica.

4.8.4 Punto de cristalización y congelación

- a) El punto de cristalización está entre -20°C y -30°C . La congelación comienza a -17°C .
- b) No aplica.

4.8.5 Calor específico

- a) $3,48 \text{ kJ}/(\text{kg} \cdot \text{K})$ para una disolución con cloro activo disponible entre 14 - 15 %.
- b) Desconocido.

4.8.6 Viscosidad (dinámica)

- a) $52,6 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ a 20°C .
- b) No aplica.

4.9 Propiedades químicas

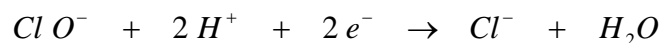
- a) Hipoclorito de sodio

El producto es una disolución alcalina con pH mayor a 11°C a 20°C .

Reacciona con ácidos y sales ácidas para formar el correspondiente cloruro.

Es un oxidante fuerte.

Presenta reacciones vigorosas con reducción de químicos.



La descomposición del hipoclorito de sodio se favorece por temperaturas mayores a 29°C , presencia de sales metálicas, óxidos y la luz. Las disoluciones se descomponen resultando una disminución del contenido de cloro disponible y formación de cloratos.

- b) Hipoclorito de calcio

Las disoluciones del producto son alcalinas.

Reacciona con ácidos y sales ácidas formando sus correspondientes cloruros.

Al entrar en contacto con compuestos orgánicos produce fuego y explosiones. Estas reacciones de oxidación liberan calor y humedad.

Es altamente corrosivo a la mayoría de los metales.

5 ESPECIFICACIONES

5.1 Apariencia y olor

- a) El hipoclorito de sodio debe ser un producto en disolución, amarillo-verdoso con aroma característico, visiblemente libre de sedimento y/o material suspendido.
- b) El hipoclorito de calcio debe ser un producto en gránulos con libre fluidez o tabletas con olor característico, visiblemente libre de impurezas o contaminación.

5.2 Pureza y composición del producto comercial

- a) El producto debe cumplir con los límites establecidos en la tabla 1.
- b) El producto debe cumplir con los límites establecidos en la tabla 2.

Los métodos de prueba para la determinación de los valores de los parámetros de los productos se indican en ambas tablas.

TABLA 1.- Parámetros para el hipoclorito de sodio

Parámetros	Límites permisibles	Método de prueba
Cloro disponible	130 g/L Mínimo	7.1.1
Alcalinidad Total* (como NaOH)	24 g/L Máximo	7.1.3
Hierro	3 mg/L Máximo	7.1.5 y 7.1.6
Trasmittancia	87 % Mínimo	7.1.4
Carbonatos	12 g/L Máximo	7.1.3
Densidad	1,18 g/mL Mínimo	7.1.2

* La tendencia es a la baja alcalinidad

TABLA 2.- Parámetros para el hipoclorito de calcio

Parámetros	Límites permisibles % en masa, base seca	Métodos de prueba
Cloro disponible	65-74	7.2.1
Cloruro de sodio	20,0 máximo	7.2.3
Hidróxido de calcio	3,0 máximo	7.2.2
Carbonato de calcio	5,0 máximo	7.2.2
Clorato de calcio	2,5 máximo	7.2.4 y 7.2.5
Cloruro de calcio	2,0 máximo	7.2.6
Agua	9,0 máximo	7.2.8
Hierro (como Fe ₂ O ₃)	0,05 máximo	7.2.9 y 7.2.10
Insolubles	5,0 máximo	7.2.7

5.3 Sustancias tóxicas

Los productos deben cumplir las especificaciones establecidas en las tablas 3 y 4. Los métodos de prueba para determinar las sustancias tóxicas en los hipocloritos están indicados en el punto 7.3 de esta norma. Estas pruebas se realizarán por lo menos cada año.

TABLA 3.- Sustancias tóxicas para hipoclorito de sodio

Parámetro	Límites máximos permisibles mg /L de Hipoclorito de sodio
Arsénico	0,5
Bario	0,5
Cadmio	0,5
Cobre	2,0
Cromo Total	0,5
Mercurio	0,5
Plomo	0,5
Zinc	0,5
Selenio	0,5

TABLA 4.- Sustancias tóxicas para hipoclorito de calcio

Parámetro	Límites máximos permisibles mg/kg de Hipoclorito de calcio
Arsénico	1,0
Bario	21,0
Cadmio	1,0
Cobre	1,0
Cromo Total	10,0
Manganeso	9,0
Mercurio	1,0
Plomo	1,0
Zinc	25,0

5.4 Impurezas en general de los hipocloritos

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

6 MUESTREO

6.1 Hipoclorito de sodio

6.1.1 Muestras líquidas a granel

Para cada lote por enviar, una vez que se tenga homogéneo el hipoclorito en el tanque de almacenamiento de producto terminado, se purga la línea de muestreo, y se toman 500 mL de muestra en un recipiente de plástico ámbar u opaco, con cierre hermético, previamente enjuagado con la muestra y debidamente identificado. Se utilizarán 250 mL para los análisis de las especificaciones de calidad del producto y los otros 250 mL se guardan, debidamente identificados, como muestra retén. Para el caso del muestreo para fines de certificación, se seguirá el mismo procedimiento de muestreo, se tomará una muestras de 750 mL y se dividirá en tres recipientes, debidamente identificados; se utilizará una para los análisis tanto de especificaciones como de sustancias tóxicas; las dos restantes quedarán como muestras retén.

6.1.2 Preservación de la muestra

La muestra deberá ser conservada en refrigeración como máximo a $4,0^{\circ}\text{C} \pm 1,0^{\circ}\text{C}$, en el recipiente de muestreo, al abrigo de la luz; el análisis se deberá efectuar dentro de las 48 h posteriores a la toma de la muestra.

6.2 Hipoclorito de calcio

6.2.1 Muestreo de producto envasado

Se deberá obtener una mezcla compuesta de los lotes de hipoclorito de calcio 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. No tomar muestra de contenedores rotos.

La muestra se vaciará en tres recipientes herméticos de vidrio u 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. El agua reactivo debe presentar una conductancia menor o igual a $5,0 \mu\text{S}$ ($\mu\Omega^{-1}$ o μmho).

El sistema de unidades utilizado en la presente norma debe cumplir con lo establecido en la norma oficial mexicana NOM-008-SCFI (ver 2 Referencias).

7.1 Hipoclorito de sodio

7.1.1 Determinación de cloro disponible

7.1.1.1 Principio

El método consiste en tratar una disolución de hipoclorito con yoduro de potasio en medio ácido; el yodo liberado en la reacción se titula con una disolución de tiosulfato de sodio valorada.

7.1.1.2 Reactivos

- Cloroformo (C Cl_3)
- Yoduro de potasio cristales (KI)
- Ácido acético glacial concentrado (CH_3COOH)
- Disolución de tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- Ácido salicílico
- Disolución de almidón
- Disolución de yodato de potasio $\text{K}(\text{IO}_3)_2$ o de dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)
- Agua

7.1.1.3 Material

- Frasco ámbar
- Buretas de 25 mL o 50 mL con soporte
- Matraz yodométrico de 300 mL o 500 mL con tapa
- Matraz volumétrico de 1 000 mL clase A o verificados o certificados
- Pipeta Volumétrica
- Matraz Iodométrico
- Mortero

7.1.1.4 Aparatos e instrumentos

- Balanza analítica, con precisión de 0,000 1g

7.1.1.5 Preparación de disoluciones

- Disolución de yodato de potasio 0,1 N

Disolver 3,567 g de yodato de potasio estándar primario seco previamente por 2 h a $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ disolver en un matraz volumétrico de 1 000 mL y aforar a volumen para obtener una concentración aproximada a 0,1 N.

- Disolución de dicromato de potasio (0,1 N)

Disolver 4,904 g de dicromato de potasio anhidro o estándar primario, previamente seco durante 2 h a $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$; disolver en un matraz de 1 000 mL y aforar con agua a volumen.

- Disolución estándar de tiosulfato de sodio (0,1 N)

Pesar 25 g de tiosulfato de sodio depositar en un matraz volumétrico de 1 000 mL disolver totalmente y aforar al volumen con agua recientemente hervida y fría. Es recomendable estandarizarla esta disolución por lo menos cada 3 semanas a partir de su preparación.

Agregar si se desea 5 gotas de cloroformo como conservador para evitar la descomposición por actividad bacteriana y almacenar la disolución en un frasco ámbar o al abrigo de la luz. Calcular la concentración de esta disolución con una disolución de yodato de potasio o disolución de dicromato de potasio, usar como indicador una disolución de almidón.

– Estandarización de la disolución de tiosulfato de sodio

En un matraz Erlenmeyer, disolver 1 g de yoduro de potasio exento de yodato en 60 mL de agua. Agregar 0,5 mL de ácido sulfúrico concentrado y 10 mililitros de la disolución de dicromato de potasio o yodato de potasio diluir a 100 mL con agua y valorar el yodo con la disolución de tiosulfato de sodio agregar 1 mL de disolución de almidón como indicador en el momento de alcanzar un color amarillo paja, y seguir titulando hasta que desaparezca el color azul este permanezca por lo menos 30 s.

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5} = \frac{V_{\text{(dicromato o yodato)}} \times N_{\text{(dicromato o yodato)}}}{\text{mililitros gastados de tiosulfato de sodio}}$$

donde.

N es la normalidad, y
V es el volumen.

– Disolución de almidón

Pesar aproximadamente 5 g de almidón soluble y depositarlos en un mortero agregar unos mililitros de agua incorporándola hasta obtener una pasta, disolver en 1 L de agua a ebullición hasta disolución total, como conservador adicionar 2 g de ácido salicílico.

7.1.1.6 Procedimiento

En un matraz yodométrico de 300 mL o 500 mL con tapa, depositar una alícuota de 1 mL con una pipeta volumétrica de la disolución de hipoclorito de sodio y se tapa inmediatamente.

Pesar aproximadamente 2 g ó 3 g de yoduro de potasio y adicionar al matraz yodométrico, en caso de que se queden adheridos algunos cristales de yoduro de potasio en las paredes del matraz con una pipeta agregar agua de manera que estos se encuentren en contacto con la disolución. Agregar 3 mL de ácido acético glacial concentrado, tapar el matraz, dejar reposar 5 min al abrigo de la luz. Concluido el tiempo, titular con disolución de tiosulfato de sodio hasta una coloración amarilla paja, agregar 3 mL de la disolución de almidón, continuar la titulación hasta que el color azul desaparezca y permanezca por lo menos 30 s.

7.1.1.7 Cálculos y expresión de los resultados:

Calcular la cantidad de cloro disponible con la siguiente ecuación y expresarla en g/L.

$$g / L_{\text{ cloro disponible}} = \frac{V_1 \times N \times 0,0355 \times 1000}{V_0}$$

donde:

V_1 es el volumen de disolución de tiosulfato de sodio empleados en la titulación, mL;
 N es la normalidad de la disolución de tiosulfato de sodio;
 V_0 es el volumen de la disolución de hipoclorito de sodio, mL. y
0,0355 son los miliequivalentes del cloro.

7.1.2 Determinación de densidad

7.1.2.1 Principio

Se basa en la relación que existe, entre la masa de cierta cantidad definida de una sustancia con el volumen que ocupa.

7.1.2.2 Material

- Matraz volumétrico clase “A” (puede ser de 10 mL, 25 mL, 50 mL) previamente verificado
- Material absorbente

7.1.2.3 Aparatos e instrumentos

- Balanza analítica, con precisión de 0,000 1g

7.1.2.4 Procedimiento

Pesar un matraz volumétrico clase "A" (puede ser de 10 mL, 25 mL, 50 mL) con tapa, vacío, limpio y seco, registrar la masa como M_0 , depositar la muestra correspondiente al volumen que corresponda al matraz hasta el aforo; tapar e inmediatamente pesar, registrar la masa como M_1 . Cuidar que al colocar la muestra en el matraz no se depositen en el cuello gotas de la muestra, de ser así se proceder inmediatamente a retirarlas con un material absorbente.

7.1.2.5 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular el valor de la densidad con la siguiente ecuación y expresarla en g/mL.

$$Densidad = \left(\frac{M_1 - M_0}{V} \right)$$

Donde:

M_0 es la masa del matraz vacío, en g;
 M_1 es la masa del matraz más la muestra, en g, y
 V es el volumen verificado del matraz con respecto al agua, mL.

7.1.3 Determinación de alcalinidad como hidróxidos y carbonatos

7.1.3.1 Principio

Se basa en la medición de la cantidad de ácido fuerte que es necesario añadir a una muestra para llevar el pH a un valor predeterminado coincidente con el vire del naranja de metilo. Llevándose a cabo por medio de una titulación en 2 partes y expresándose el resultado en hidróxido de sodio y carbonato de calcio.

7.1.3.2 Reactivos

- Agua destilada, neutralizada a pH = 7,0 libre de CO_2
- Disolución de peróxido de hidrógeno al 3% v/v (H_2O_2)
- Disolución de fenolftaleína
- Disolución de ácido sulfúrico 0,1 N
- Disolución indicadora de naranja de metilo
- Disolución de ácido sulfúrico 0,01 N, (H_2SO_4)
- Etanol

7.1.3.3 Material

- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Bureta de 25 mL o 50 mL con soporte
- Material usual de laboratorio

7.1.3.4 Aparatos e instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,0001g

7.1.3.5 Preparación de disoluciones

- Disolución de peróxido de hidrógeno al 3%

Colocar 10 mL de peróxido de hidrógeno comercial (normalmente se presenta al 30% en masa) y aforar con agua a 100 mL.

- Disolución de ácido sulfúrico (0,1 N)

Diluir 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado en 1L con agua libre de CO₂.

- Valoración del ácido sulfúrico

Pesar aproximadamente 0,22 g del patrón primario de carbonato de sodio, secado 105°C añadir unos 25 mL de agua y unas gotas de la disolución de naranja de metilo, valorar con el ácido hasta el vire del indicador (de canela a amarillo). Calcular la normalidad del ácido con la siguiente ecuación:

$$N = \left(\frac{A}{V * 53} \right) 1000$$

donde:

- N es la normalidad del ácido;
- A es la masa de carbonato de sodio, en g;
- V es el volumen de ácido utilizados, mL, y
- 53 son los equivalentes del carbonato de sodio.

- Disolución de ácido sulfúrico o clorhídrico (0,01 N)

Diluir 100 mL de ácido sulfúrico 0,1 N a 1 L de agua.

- Disolución indicadora de naranja de metilo

Pesar aproximadamente 0,5 g del colorante naranja de metilo y aforar a 1L con agua. Filtrar la disolución fría para remover cualquier precipitado que se forme. O bien, pesar aproximadamente 0,5 g de la sal de sodio y diluir a 1 L con agua, si es necesario filtrar cuando esté fría la disolución.

– Disolución indicadora de fenolftaleína

Pesar aproximadamente 5,0 g de fenolftaleína y disolver en 500 mL de etanol, añadir 500 mL de agua, agitar constantemente; filtrar si hay formación de precipitado.

7.1.3.6 Procedimiento

Tomar Una alícuota de 1 mL de la muestra por analizar y transferirla a un matraz Erlenmeyer de 250 mL añadir 10 mL de disolución de peróxido de hidrógeno al 3 %, previamente neutralizada a pH 7,0 y agitar hasta que desaparezca el burbujeo.

Adicionar 50 mL de agua destilada previamente neutralizada a pH 7,0 mezclar; adicionar 10 a 12 gotas de la disolución de fenolftaleína como indicador dando como resultado un color rosa intenso, agitar y mantener la agitación y titular con una disolución de ácido sulfúrico 0,1 N contenida en una bureta de 25 mL o 50 mL agregar hasta el cambio de vire del color rosa intenso a incoloro, registrar los mililitros gastados en este momento.

Posteriormente agregar de 8 a 10 gotas de la disolución indicadora de naranja de metilo, se obtiene como resultado una disolución color amarillo continuar la agitación y la titulación con ácido sulfúrico 0,01 N hasta el cambio de vire de color amarillo a color canela registrar los mililitros gastados en este momento.

7.1.3.7 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular el contenido de hidróxidos (como NaOH) con la siguiente ecuación y expresarlo en g/L:

$$g / L \text{ NaOH} = \frac{(2F - M) \times 0,040}{V_0} \times 1000$$

Calcular el contenido de carbonatos (como Na₂CO₃) con la siguiente ecuación y expresarlo en g/L:

$$g / L \text{ Na}_2\text{CO}_3 = \frac{2(M - F) \times N \times 0,053}{V_0} \times 1000$$

$$g / L \text{ Alcalinidad - total - como NaOH} = \frac{M \times N \times 0,04}{V_0} \times 1000$$

donde:

- F es el volumen de ácido sulfúrico empleados en la titulación con la fenolftaleína, mL;
M es el volumen de ácido sulfúrico empleados en la titulación con anaranjado de metilo, mL;
V₀ es el volumen alícuota de muestra empleada, mL, y
N es la normalidad del ácido sulfúrico.

7.1.4 Determinación de transmitancia

7.1.4.1 Principio

Se basa en la capacidad de las sustancias químicas de absorber luz. Cuando un haz de luz monocromática incide sobre una disolución de una sustancia que la absorbe, la intensidad de la luz transmitida es menor que la incidente. La transmitancia, T, se define como la fracción de la luz incidente que sale de la muestra. Por lo tanto T varía de 0 a 1 y se puede expresar en por ciento.

7.1.4.2 Reactivos

– Agua

7.1.4.3 Material

– Filtro No. KS50 con rango espectral 470 nm - 530 nm

7.1.4.4 Aparatos e instrumentos

Espectrofotómetro con rango de lectura en los espectros ultravioleta y visible o colorímetro Klett–Summerson.

7.1.4.5 Procedimiento

Calibrar el espectrofotómetro con agua a cero de absorbancia y 100 % de transmitancia colocar en la celda la muestra y realizar un barrido en el rango espectral 470 a 530 nm y leer la transmitancia, debiéndose encontrar como mínimo un 87% de transmitancia entre este rango.

Para colorímetro Klett-Summerson contar con un filtro No. KS50 con rango espectral 470-530 nm calibrando el equipo con agua para posteriormente colocar la celda con la muestra y leer la transmitancia. Leer directamente el % de transmitancia en la tabla proporcionada para el Instrumento.

7.1.4.6 Cálculos y expresión de los resultados

El resultado de transmitancia es la lectura directa del instrumento para un espectrofotómetro y para el colorímetro Klett-Summerson la lectura se refiere a una tabla proporcionada por el fabricante.

7.1.5 Determinación de hierro (método fenantrolina-hidroxilamina)

7.1.5.1 Principio:

Consiste en la formación de un complejo colorido que resulta de la reacción de la 1,10 ortofenantrolina con el ion ferroso, cuya intensidad de color es directamente proporcional a su concentración. La concentración se determina por medio de una curva de calibración preparada con diferentes concentraciones de hierro la cual se mide a una longitud de onda de 525 nm.

7.1.5.2 Reactivos

- Sulfato ferroso amoniacal hexahidratado, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Ácido sulfúrico
- Ácido clorhídrico 1N
- Disolución de hidroxilamina al 10%
- Acetato de amonio al 20%
- 1,10 ortofenantrolina

7.1.5.3 Material

- Matraz volumétrico de 1000 mL

7.1.5.4 Aparatos e instrumentos

- Balanza analítica, con precisión de 0,000 1g

- Espectrofotómetro con rango de lectura en los espectros ultravioleta y visible o Colorímetro Klett–Summerson.

7.1.5.5 Preparación de disoluciones

- Disolución patrón de hierro (0,01 mg de Fe/mL)

Pesar aproximadamente 7,021 8 g de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado disolver con 600 mL de agua y 350 mL de ácido sulfúrico concentrado en un matraz volumétrico de 1 000 mL aforar a volumen con agua.

Tomar una alícuota de 10 mL y colocarla en un matraz de 1 000 mL y aforar a volumen con agua. Esta disolución contiene aproximadamente 0,01 mg de Fe/mL.

En los casos donde se requiera más concentración para la preparación de disolución patrón realizar los cálculos correspondientes para la toma de la alícuota al igual que para la toma de la muestra.

7.1.5.6 Procedimiento

- Preparación de la curva de calibración

En un matraz volumétrico de 100 mL depositar 50 mL de agua adicionar 2 mL de ácido clorhídrico 1 N y transferir de la disolución de 0,01 mg de Fe/mL alícuotas de 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL, 6 mL, 7 mL, 8 mL, 9 mL y 10 mL agregar 2 mL de disolución de hidroxilamina al 10% y dejar reposar un minuto.

Agregar a cada matraz 10 mL de acetato de amonio al 20% y 3 mL de 1,10 ortofenanolina se afora con agua y se agita.

Preparar blanco de reactivos, calibrar a 100 % de transmitancia a 525 nm, construir la curva.

- Preparación de la muestra

Tomar 10 mL de la muestra por analizar y transferirla a un matraz erlenmeyer de 250 mL previamente lavado con ácido clorhídrico.

Adicionar aproximadamente 20 mL de agua destilada y agitar.

Añadir 10 mL de agua oxigenada al 3 % y agitar.

Adicionar 5 mL de ácido clorhídrico Q. P. y agitar.

Poner a hervir hasta que desaparezca el tono amarillo verdoso producido por el cloro y enfriar.

Agregar 5 mL de hidroxilamina se deja reposar 5 min y se transfiere a un matraz volumétrico de 100 mL de disolución de acetato de amonio al 20 % y 3 mL de la disolución de 1,10 ortofenantrolina se agita y se afora a volumen con agua.

Preparar blanco de reactivos y leer la muestra en las mismas condiciones que la curva de calibración.

7.1.5.7 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la concentración de hierro con la siguiente ecuación y expresar el resultado en mg/l:

$$Fe_{mg/L} = \frac{G_1 \times 1000}{V}$$

donde:

G_1 es la masa de Fe encontrados a partir de la curva de calibración, en mg, y
 V es el volumen de la muestra, mL.

7.1.6 Determinación de hierro (método con sulfocianuro de potasio)

7.1.6.1 Principio

El método se basa en la determinación del hierro al estado férrico, previa oxidación del ferroso con agua de bromo y tratando la muestra con sulfocianuro de potasio para dar un ion complejo colorido "Rojo Sangre" de sulfocianuro férrico, el cual es medido por absorbancia.

7.1.6.2 Reactivos

- Acido clorhídrico (HCl)
- Agua oxigenada al 3 % %v/v (H_2O_2)
- Agua saturada de bromo
- Sulfocianuro de potasio al 30 % o tiosulfato de sodio pentahidratado ($Na_2S_2O_5 \cdot 5H_2O$)

7.1.6.3 Material

- Matraz erlenmeyer de 250 mL

– Probeta graduada

7.1.6.4 Aparatos e instrumentos

– Espectrofotómetro con rango de lectura en los espectros ultravioleta y visible o Colorímetro Klett –Summerson.

7.1.6.5 Procedimiento

Tomar 10 mL de la muestra por analizar y transferirla a un matraz erlenmeyer de 250 mL previamente lavado con ácido clorhídrico.

Adicionar aproximadamente 20 mL de agua destilada y agitar, añadir 10 mL de agua oxigenada al 3 % y agitar.

Adicionar 5 mL de ácido clorhídrico y agitar, hervir hasta que desaparezca el tono amarillo verdoso producido por el cloro, enfriar. Una vez fría la muestra aforar a 100 mL con agua destilada en una probeta graduada.

Llenar el tubo calibrado de 10 mL para Klett-Summerson y calibrar el fotocolorímetro, empleando Filtro verde 54 o a longitud de onda de 485 nm, según el espectrofotómetro empleado.

Recolectar la disolución empleada para la calibración en el matraz y adicionar 5 mL de agua saturada de bromo y agitar, añadir 5 mL de sulfocianuro de potasio al 30 % y agitar.

Llenar la celda con la disolución y tomar la lectura.

7.1.6.6 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la concentración de hierro con la siguiente ecuación y expresar el resultado en mg/l:

$$Fe_{mg/L} = \frac{G_1 \times 1\,000}{V}$$

donde:

G_1 es la masa de Fe encontrados a partir de la curva de calibración, miligramos, y
 V es el volumen de la muestra, mL.

7.2 Hipoclorito de calcio

7.2.1 Determinación de cloro disponible

7.2.2 Principio.

– Mismo que en hipoclorito de sodio

7.2.3 Reactivos

– Mismo que en hipoclorito de sodio

7.2.1 3 Materiales

– Mismo, que en hipoclorito de sodio, excepto:

– Baño ultrasónico

– Barra magnética

7.2.1 4 Aparatos e instrumentos

– Mismos que en hipoclorito de sodio

7.2.1 5 Procedimiento

Pesar entre 3,4 g a 3,6 g de la muestra (M_A) con una exactitud de 0,000 1 g y transferir a un matraz volumétrico de 500 mL, agregar aproximadamente 300 mL de agua, tapar el matraz, colocarlo en un baño ultrasónico por diez minutos, agitar ocasionalmente hasta que la disolución sea completa. Aforar con agua y mezclar.

Colocar una barra magnética dentro del matraz volumétrico y comenzar la agitación. Transferir 25 mL de la disolución prueba a un matraz erlenmeyer de 500 mL, mientras la disolución está en agitación, no permitir que el material sólido se asiente.

Agregar 100 mL de agua y 2 g de yoduro de potasio, mezclar hasta disolver. Agregar 8 mL de ácido acético glacial, agitar y titular inmediatamente con tiosulfato de sodio valorado, hasta un ligero amarillo pálido. Agregar 3 mL de almidón y continuar la titulación hasta desaparición del color azul oscuro. Registrar el volumen V_A de tiosulfato de sodio utilizado.

7.2.1 6 Cálculos y expresión de resultados

Calcular el contenido de cloro disponible (Cl_2), con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento en masa:

$$\% \text{ cloro disponible} = \frac{V_A \times M \times 35,453 \times 500 \times 100}{M_A \times 25}$$

Donde:

V_A es el volumen de tiosulfato de sodio utilizado para la titulación, mL
 M es la molaridad, del tiosulfato de sodio valorado.
 M_A es la masa de la muestra de prueba miligramos.
35,453 es la masa, en miligramos, de cloro (Cl_2) correspondientes a 1,00 mL de disolución de tiosulfato de sodio 1,0 M

7.2.2 Determinación de la alcalinidad como hidróxidos y carbonatos

7.2.2.1 Principio

Mismo que para hipoclorito de sodio

7.2.2.2 Reactivos

Mismo que para hipoclorito de sodio

7.2.2.3 Materiales

Mismo que para hipoclorito de sodio, excepto

Baño ultrasónico

Barra magnética

7.2.2.4 Aparatos e instrumentos

Mismos que para hipoclorito de sodio

7.2.2.5 Procedimiento

Pesar entre 2,04 g a 2,06 g de la muestra con una exactitud de 0,000 1 g, disolver en 30 mL de agua, colocarlo en un baño ultrasónico por diez minutos, hasta que la disolución sea completa. Aforar a 50 mL tomar Una alícuota de 1 mL de la muestra por analizar y transferirla a un matraz Erlenmeyer de 250 mL añadir 10 mL de disolución

de peróxido de hidrógeno al 3% previamente neutralizada a pH 7,0 y agitar hasta que desaparezca el burbujeo.

Adicionar 50 mL de agua destilada previamente neutralizada a pH 7,0 mezclar; adicionar 10 a 12 gotas de la disolución de fenolftaleína como indicador dando como resultado un color rosa intenso, agitar y mantener la agitación y titular con una disolución de ácido sulfúrico 0,1 N contenida en una bureta de 25 mL o 50 mL agregar hasta el cambio de vire del color rosa intenso a incoloro, registrar los mililitros gastados en este momento.

Agregar de 8 a 10 gotas de la disolución indicadora de naranja de metilo, se obtiene como resultado una disolución color amarillo continuar la agitación y la titulación con ácido sulfúrico 0,01 N hasta el cambio de vire de color amarillo a color canela registrar los mililitros gastados en este momento.

7.2.2 6 Cálculos y expresión de resultados

Calcular el contenido de hidróxidos, como Ca(OH)_2 , con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento.

$$\% \text{ Ca(OH)}_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0,032}{m_0} \times 5\,000$$

Calcular el contenido de carbonatos (como Na_2CO_3), con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento.

$$\% \text{ CaCO}_3 = \frac{(2V_2 \times N \times 0,050)}{m_0} \times 5\,000$$

donde:

- $V_1 =$ es el volumen de ácido sulfúrico empleados en la titulación con la fenolftaleína, mL;
 $V_2 =$ es el volumen de ácido sulfúrico empleados en la titulación con anaranjado de metilo, mL;

mo es la masa de la muestra empleada, g;
0,032 son los miliequivalente del $\text{Ca}(\text{OH})_2$, y
0,050 son los miliequivalente del CaCO_3 .

7.2.3 Determinación del contenido de cloruro de sodio

Este método aplica a productos con contenido de cloruro de sodio entre 15 % - 25 % en masa.

7.2.3.1 Principio

El hipoclorito de calcio es acidificado, digerido para remoción de todas las trazas de cloro disponible y diluido a un volumen conocido. El sodio es determinado en disolución por espectrofotometría de emisión atómica.

7.2.3.2 Reactivos

- Ácido clorhídrico concentrado.
- Disolución estándar de sodio. Concentración de sodio = 1,000 0 g/mL. Medir 2,542 1 g de cloruro de sodio previamente secado a 110 °C durante una hora. Disolver en agua y aforar a 1 L. Mezclar bien.
- Papel prueba comercial almidón iodo, verificado previamente.

7.2.3.3 Materiales

- Matraz volumétrico de 500 mL
- Baño ultrasónico
- Barra magnética

7.2.3.4 Aparatos e instrumentos

- Balanza analítica, con precisión de 0,000 1g
- Parrilla eléctrica
- Flamómetro con filtro para sodio
- Espectrofotómetro de absorción atómica

7.2.3.5 Procedimiento

Medir exactamente, lo más cercano a 3,5 g ($\pm 0,1$ mg) de la muestra (m_D) y trasvasarla a un matraz volumétrico de 500 mL, agregar aproximadamente 300 mL de agua, tapar y colocarlo en baño ultrasónico durante 10 min, agitar ocasionalmente hasta que la disolución sea completa. Aforar con agua.

De la disolución anterior, pipetear 25 mL en un vaso de precipitados de 150 mL, agregar 10 mL de ácido clorhídrico concentrado y calentar a ebullición en una parrilla eléctrica hasta reducir el volumen a 25 mL, o hasta que la sal comience a precipitar, enjuagar las paredes del vaso de precipitados con agua y realizar la prueba de cloro disponible utilizando el papel prueba de almidón-iodo. Si todavía existe cloro, agregar 50 mL de agua y reducir el volumen nuevamente a 25 mL. Enjuagar las paredes del vaso de precipitados con agua y probar nuevamente la presencia de cloro disponible.

Repetir el procedimiento una vez para detectar la presencia de cloro disponible, entonces cubrir el vaso de precipitados y digerir la mezcla durante un minuto, dejarla enfriar, transferirla a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua.

Medir la absorbancia de la disolución en un espectrómetro de absorción atómica con lámpara de sodio a una longitud de onda de 330,2 nm, utilizando flama de aire-acetileno.

Calibración.

Preparar una serie de siete matraces aforados de 100 mL, pipetear respectivamente en cada uno de ellos, 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, 10,0 mL y 20,0 mL del estándar de sodio. Aforar hasta la marca con agua y mezclar bien. Preparar un blanco.

7.2.3.6 Cálculos y expresión de resultados

Calcular el contenido de cloruro de sodio, con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento en masa:

$$\% \text{ NaCl} = \frac{c \times 100 \times 20 \times 2,5421}{m \times 10000}$$

donde:

m es la masa de la muestra empleada, en g, y
c es la concentración, de sodio en la porción prueba determinado en la gráfica de calibración, en mg/L.

7.2.4 Determinación de clorato de calcio

7.2.4.1 Principio

El método consiste en la reducción de los cloratos a cloruros por medio de la reacción de estos con sulfato ferroso amónico y la titulación del exceso de sal ferrosa con una disolución de permanganato de potasio.

7.2.4.2 Reactivos

- Disolución de arsenito de sodio 0,1 N
- Disolución de ácido sulfúrico 12 N
- Disolución de sulfato ferroso amónico al 4%
- Disolución de permanganato de potasio 0,1 N

7.2.4.3 Materiales

- Matraces aforados 250 y 1000 mL
- Bureta de 50 mL graduada en 0,1 mL

7.2.4.4 Aparatos e instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,0001g
- Estufa

7.2.4.5 Preparación de disoluciones

- Disolución de arsenito de sodio 0,1 N

Secar en estufa a 100°C -110°C cierta cantidad de trióxido de arsénico durante una hora, sacar y colocar en un desecador por lo menos 12 h. Pesar aproximadamente 4,950 0 g del trióxido desecado y disolver en una disolución de 20 g de carbonato de sodio en 200 mL de agua. Esta disolución se lleva a un volumen de 1 000 mL.

- Disolución de sulfato ferroso amónico 4%

Se pesan 4 g de sulfato ferroso amónico y se disuelve en 100 mL de agua, se agregan unas gotas de ácido sulfúrico hasta que la disolución sea transparente.

7.2.4.6 Procedimiento

Medir exactamente, lo más cercano a 2,050 0 g de la muestra, disolver en 30 mL de agua, colocarlo en un baño ultrasónico por diez minutos, hasta que la disolución sea completa, aforar a 50 mL.

Se miden 10 mL de la disolución de hipoclorito de calcio por analizar y se colocan en un matraz volumétrico de 250 mL, se afora con agua y se mezcla perfectamente.

Con una pipeta volumétrica de 25 mL se toma una alícuota y se coloca en un matraz Erlenmeyer de 300 mL, se diluye con agua y se agrega una cantidad de disolución de arsenito de sodio equivalente a la cantidad de disolución de tiosulfato de sodio empleado en la determinación de cloro disponible, y 15 mL de disolución de ácido sulfúrico 12 N.

La disolución resultante se calienta casi a ebullición y en este momento se agregan 25 mL de disolución de sulfato ferroso amónico, se deja hervir dos minutos, se retira del calor y se enfría exteriormente con agua de la llave. Finalmente se titula con disolución de permanganato de potasio hasta que la coloración violeta sea permanente.

Al mismo tiempo se efectúa una prueba testigo empleando 25 mL de disolución de sulfato ferroso amónico y 25 mL de disolución de ácido sulfúrico 12 N. Esta disolución se titula con disolución de permanganato de potasio.

7.2.4.7 Cálculos y expresión de resultados

Calcular el contenido de cloratos con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento en masa:

$$\% \text{ Ca}(\text{ClO}_3)_2 = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 105,5 \times 5}{m}$$

donde:

- N es la normalidad del permanganato de potasio;
- V_2 es el volumen de disolución de permanganato de potasio empleados en la titulación del testigo , mL;
- V_1 es el volumen de disolución de permanganato de potasio empleados en la titulación de la muestra , mL;
- m es la masa de la muestra , en g, y

105,5 son los equivalentes del $\text{Ca}(\text{ClO}_3)_2$.

7.2.5 Determinación de clorato de calcio

7.2.5.2 Principio

Los cloratos se determinan por la diferencia entre una titulación que mide el clorato más compuestos clorados oxidantes de baja valencia, y la titulación vía ácido- KI-tiosulfato, la cuál mide únicamente el cloro disponible de los compuestos posteriores. En la primera titulación el clorato se reduce por bromuro en solución fuertemente ácida con HCl

7.2.5.3 Reactivos

- Yoduro de potasio (KI), solución al 10 %
- Bromuro de sodio (NaBr), solución al 10 %
- Ácido clorhídrico (HCl), concentrado (libre de material oxidante o reductor)
- Tiosulfato de sodio, solución estándar 0.1 N
- Indicador de almidón, solución al 0.5%
- Agua destilada

7.2.5.4 Materiales

- Matraz Erlenmeyer, 1 000 mL (con junta 24/40)
- Probeta de vidrio graduada, 100 mL
- Agitador y barra magnética

7.2.5.4 Aparatos e instrumentos

- Bomba de vacío
- Aparato especial para medición de clorato consistente en un embudo de 125 mL conectado a una llave especial de 3 vías y una unión reductora conectada al vacío.

7.2.5.5 Preparación de disoluciones

La disolución estándar de tiosulfato de sodio 0,1 N se prepara mediante el procedimiento descrito en 7.1.1.5

Se requiere disponer de un volumen de disolución de tiosulfato como el utilizado en la determinación de hipoclorito para una muestra igual.

7.2.5.6 Procedimiento

Medir exactamente, lo más cercano a 3,500 0 g de la muestra, disolver en un vaso de precipitados de 250 ml que contenga aproximadamente 100 ml de agua destilada, colocarlo en un baño ultrasónico por diez minutos, hasta que la disolución sea completa. Colocar la alícuota en un matraz Erlenmeyer de 1 000 mL, añadir al matraz aproximadamente 20 mL de disolución de NaBr al 10 %, conectar el matraz al aparato para medición de clorato, conectar la bomba de vacío aproximadamente 1 minuto; cerrar la llave de paso a la muestra y al vacío girando la llave de paso aproximadamente 90° de su posición original. Añadir aproximadamente 100 mL de HCl concentrado en el embudo de separación, abrir muy lentamente la llave de paso. Permitir el paso de HCl dentro del matraz, no permitir la entrada de aire. Mantener el vacío, agitar el matraz para mezclar su contenido.

Llenar el embudo con 100 mL de agua destilada, dejar reposar la muestra por lo menos 5 minutos. Abrir la llave de paso y permitir la entrada de agua. Cortar el flujo antes de perder el vacío; mantener el vacío, añadir agua dos veces más, mantener el vacío en cada adición.

Agitar la solución para mezclar el contenido, añadir aproximadamente 30 mL de solución de KI al embudo; abrir la llave de paso para permitir la adición de la solución de KI. Enjuagar el embudo con agua destilada.

Remover el aparato de clorato del matraz Erlenmeyer, colocar la barra agitadora y mezclar con el agitador magnético; titular inmediatamente con solución 0.1N de tiosulfato de sodio hasta color amarillo pálido. Añadir aproximadamente 5 mL de solución indicadora de almidón, continuar cuidadosamente con la titulación hasta que el color azul desaparezca. Registrar el volumen de tiosulfato usado como V_B .

7.2.5.7 Cálculos y expresión de resultados

Asumiendo que el hipoclorito es calcio, el contenido de clorato de calcio, se puede calcular con la siguiente ecuación y expresar el resultado como por ciento en masa:

$$\% \text{ } Ca(ClO_3)_2 = \frac{(V_B - V_A) \times N \times 1,729}{m}$$

V_A es el volumen de tiosulfato del método para determinación de cloro disponible (de acuerdo a 7.2.1), en mL;

V_B es el volumen de tiosulfato de la titulación, en mL;

N es la normalidad de la disolución de tiosulfato, y
m es la masa de la alícuota analizada, en g.

7.2.6 Determinación del contenido de cloruro de calcio

Para la determinación de este compuesto primeramente se analizará cloro total en una muestra de hipoclorito de calcio y posteriormente por estequiometría se obtendrá el valor correspondiente a cloruro de calcio.

7.2.6.1 Principio

El cloro total (excepto aquel presente como clorato) se determina después de una reducción de hipoclorito a cloruro con peróxido de hidrógeno, mediante una titulación de cloruros con nitrato de plata en una solución neutral.

7.2.6.2 Reactivos

- Solución de Nitrato de plata (AgNO_3), standard 0,1 N
- Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2), 8%
- Solución de indicador de naranja de metilo 0,1%
- Solución de ácido nítrico (HNO_3), diluida al 10%
- Solución indicadora de fenolftaleína 1%
- Solución de hidróxido de sodio (NaOH), 5% (baja en cloruros)
- Solución de Acido acético ($\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$) al 10%
- Solución indicadora de cromato de potasio (K_2CrO_4), 300g/L
- Agua destilada

7.2.6.3 Materiales

- Material de vidrio de laboratorio
- Vaso de precipitados de 250 mL
- Bureta 50 mL, clase A

7.2.6.4 Aparatos e instrumentos

- Baño ultrasónico

7.2.6.5 Procedimiento

Medir exactamente, lo más cercano a 3,500 0 g de la muestra, disolver en un vaso de precipitados de 250 ml que contenga aproximadamente 100 ml de agua destilada, colocarlo en un baño ultrasónico por diez minutos, hasta que la disolución sea completa, añadir lentamente, agitando con varilla de cristal suficiente solución de peróxido de hidrógeno 8% para reducir el hipoclorito; evite un exceso, para no interferir con la titulación final.

Agregar 1 gota de solución indicadora de naranja de metilo, adicionar lentamente ácido nítrico 10%, diluir hasta acidificación y cambio de color naranja a rojo claro.

Adicionar 2 a 3 gotas de fenolftaleina y solución de NaOH al 5% lentamente hasta que aparezca el color violeta, agregar ácido acético hasta que el color desaparezca.

Agregar aproximadamente 6 gotas de solución indicadora de cromato de potasio y titule con solución estándar 0,1 N de nitrato de plata hasta que el cloruro de plata se precipite y un color café rojizo debido al rojo cromato de plata Ag_2CrO_4 persista. Agitar con varilla desde que se adiciona el peróxido de hidrógeno. Registrar el volumen de titulación usado como mL de nitrato de plata.

7.2.6.6 Cálculos y expresión de resultados

Calcular el contenido de cloruro de calcio, mediante el proceso de cálculo indicado que utiliza las siguientes ecuaciones y expresar el resultado como por ciento en masa:

A) El contenido de cloro (como cloruros) en por ciento se calcula con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Cloro total (como cloruros)} = \frac{V \times N \times 3,5453}{m}$$

N es la normalidad del nitrato de plata, $AgNO_3$;
V es el volumen de nitrato de plata, $AgNO_3$, en mL;
m es la masa de la muestra, en g, y
3,5453 son los equivalentes entre 10 del cloro.

B) El contenido de cloruro de calcio en por ciento se calcula con la siguiente ecuación en la que todos sus miembros se expresan como cloruros:

% cloruro de calcio = % Total cloro - % de hipocloritos- % de cloruro de sodio -% de cloratos (todos como cloruros)

7.2.7 Contenido de material insoluble en agua en el hipoclorito de calcio

7.2.7.1 Principio

Una muestra representativa de hipoclorito de calcio es disuelta en agua. El material insoluble es separado por filtración, posteriormente es secado y medido.

7.2.7.2 Material

- Crisol de vidrio de porosidad P40 (tamaño de poro entre 16 µm y 40 µm).

7.2.7.3 Procedimiento

Medir exactamente, cerca de 10 g ($\pm 0,01$ g) de la muestra (m_i) y disolverla en 1 000 mL de agua con agitación durante 30 min. Entonces, filtrar la disolución a vacío, a través de un filtro de vidrio llevado a peso constante. Después de la filtración, lavar el residuo con 20 mL de agua, remover el exceso de agua filtrando al vacío. Secar el filtro de vidrio con el residuo a 105 °C, hasta obtener su masa constante (m_r). Enfriar el filtro de vidrio en desecador, antes de medir su masa.

7.2.7.4 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la cantidad de materia insoluble con la siguiente fórmula y expresar el resultado en por ciento.

$$\% \text{ material insoluble} = \frac{m_r}{m_i} \times 100$$

donde:

m_r es la masa del residuo, en g, y
 m_i es la masa de la muestra inicial, en g.

7.2.8 Determinación de agua

7.2.8.1 Principio

Esta técnica describe el procedimiento para la determinación del contenido de agua o humedad en pastillas y materiales similares por método gravimétrico, se basa en la evaporación a 103°C a 105° C del contenido de agua libre en la muestra.

7.2.8.2 Material

- Cápsulas de porcelana de diferentes capacidades o platillos de aluminio
- Desecador con deshidratante e indicador adecuado

- Pinzas para cápsula
- Guantes y careta para protección del calor

7.2.8.3 Aparatos o instrumentos

- Termobalanza
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,000 1 g
- Mufla eléctrica para lograr una temperatura de $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$
- Estufa de regulación de temperatura para mantener un nivel de 103°C a 105°C

7.2.8.4 Procedimiento

- Llevar a peso constante

Colocar los platillos en estufa por 3 h a 103°C - 105°C , sacar el material pasar a desecador y esperar a que se enfríe), pesar (P_1).

Introducir nuevamente los platillos y calentar a 103°C - 105°C durante tres horas, dejar a enfriar en el desecador, y una vez fríos pesar nuevamente (P_2).

Si el por ciento de diferencia entre P_1 y P_2 no excede el 0,005% de diferencia, se considera que el material se encuentra a peso constante, usar el último valor obtenido de la pesada como G_1 (peso constante), si no cumple el criterio volver a repetir cumplir el criterio.

- Método gravimétrico

Se extrae una muestra, se coloca la muestra dentro de un platillo previamente puesta a peso constante.

Pesar la muestra, obtener la masa inicial o húmeda (m_i), en una balanza de precisión. Colocar el platillo en estufa a 103°C a 105°C , llevar a peso constante. Retivar la muestra de la estufa, colocar en el desecador y enfriar la muestra. Pesar la muestra, obtener la masa del residuo la peso seco (m_r).

NOTAS:

1. No tocar las cápsulas con las manos después de haberlas llevado a peso constante.
2. No abrir la mufla, si su pantalla indica que esta a más de 200°C , esperar a que se enfríe al menos a ésta temperatura.

3. Colocar el material a temperatura ambiente, encender la mufla y una vez que llega a la temperatura tomar el tiempo.
4. Poner a peso constante más cápsulas de los que necesitará, con el fin de tener material a peso constante, por si alguna cápsula no pasa el criterio de aceptación de peso constante.

7.2.8.5 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la cantidad de materia insoluble con la siguiente fórmula y expresar el resultado en por ciento.

$$\% \text{ Agua} = \frac{m_i - m_r}{m_i} \times 100$$

donde:

m_i es la masa de la muestra inicial, en g
 m_r es la masa del residuo, en g

Precaución:

Existe peligro de explosión cuando el producto se calienta a altas temperaturas, ver hoja de seguridad.

7.2.9 Determinación de hierro (método fenantrolina-hidroxilamina)

El mismo método utilizado para hipoclorito de sodio, con variación en la muestra.

7.2.9.1 Procedimiento

Preparación de la muestra

Medir exactamente, lo más cercano a 2,050 0 g de la muestra, disolver en 30 mL de agua, colocarlo en un baño ultrasónico por diez minutos, hasta que la disolución sea completa. Aforar a 50mL. Tomar 10 mL de la muestra por analizar y transferirla a un

matraz erlenmeyer de 250 mL previamente lavado con ácido clorhídrico. Adicionar aproximadamente 20 mL de agua destilada y agitar.

Añadir 10 mL de agua oxigenada al 3 % y agitar. Adicionar 5 mL de ácido clorhídrico y agitar. Hervir hasta que desaparezca el tono amarillo verdoso producido por el cloro y enfriar. Agregar 5 mL de hidroxilamina, dejar reposar 5 minutos y transferir a un matraz volumétrico de 100 mL de disolución de acetato de amonio al 20% y 3 mL de la disolución de 1,10 ortofenantrolina, agitar y aforar a volumen con agua.

Preparar blanco de reactivos y leer la muestra en las mismas condiciones que la curva de calibración.

7.2.9.2 Cálculos y expresión de los resultados

$$\% Fe = \frac{m \times 5}{M \times 1000} \times 100$$

donde :

m es la masa encontrada a partir de la curva de calibración, miligramos, y
M es la masa de la muestra empleada, en g.

7.2.10 Determinación de hierro (método con sulfocianuro de potasio)

El mismo método utilizado para hipoclorito de sodio, con variación en la muestra

7.2.9.1 Procedimiento

– Preparación de la muestra

Medir exactamente, lo más cercano a 2,050 0 g de la muestra, disolver en 30 mL de agua, colocarlo en un baño ultrasónico por diez minutos, hasta que la disolución sea completa. Aforar a 50 mL

Tomar 10 mL de la muestra por analizar y transferirla a un matraz erlenmeyer de 250 mL previamente lavado con ácido clorhídrico.

Adicionar aproximadamente 20 mL de agua destilada y agitar.

Añadir 10 mL de agua oxigenada al 3 % y agitar.

Adicionar 5 mL de ácido clorhídrico y agitar.

Hervir hasta que desaparezca el tono amarillo verdoso producido por el cloro, enfriar.

Una vez fría la muestra aforar a 100 mL con agua destilada en una probeta graduada.

Llenar el tubo calibrado de 10 mL para Klett-Summerson y calibrar el fotocolorímetro, empleando Filtro verde 54 o a longitud de onda apropiada, según el espectrofotómetro empleado.

Recolectar la disolución empleada para la calibración en el matraz y adicionar 5 mL de agua saturada de bromo y agitar.

Añadir 5 mL de sulfocianuro de potasio al 30 % y agitar.

Llenar la celda con la disolución y tomar la lectura.

7.2.10.2 Cálculos y expresión de los resultados

Comparar la lectura obtenida contra una gráfica preparada previamente:

$$\% Fe = \frac{m \times 5}{M \times 1000} \times 100$$

donde:

m es la masa encontrada a partir de la curva de calibración, miligramos, y

M es la masa de la muestra empleada, en g.

7.3 Determinación de sustancias tóxicas (metales pesados)

Para ambos hipocloritos de utiliza el método de absorción atómica en sus diferentes variantes.

7.3.1 Preparación de las muestras

Para analizar metales y otros elementos en el hipoclorito de sodio y calcio por absorción atómica, la muestra deberá tratarse previamente con peróxido de hidrógeno al 3 %, en cantidad suficiente para eliminar el cloro disponible y posteriormente efectuar la determinación. No deberá agregar ningún ácido a la muestra si antes no fue eliminado el cloro disponible.

Para el hipoclorito de calcio medir exactamente, lo más cercano a 10 g ($\pm 0,000 1$ g) de la muestra y trasvasarla a un matraz volumétrico de 100 mL. Agregar 1 mL de ácido nítrico concentrado, diluir con unos cuantos centímetros cúbicos de agua y mezclar, aforar con agua.

Los metales pesados se determinarán mediante los procedimientos establecidos en la norma mexicana NMX-AA-051-SCFI (ver 2 Referencias)

Para análisis de Hg y As se emplea el método de vapor frío y generador de hidruros respectivamente de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-051-SCFI (ver 2 Referencias).

El resto de los elementos se analizará por quelación y extracción con metil isobutil cetona (MBIK), como lo indica la norma mexicana NMX-AA-051-SCFI (ver 2 Referencias).

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 lo dispuesto en las normas oficiales mexicanas NOM-005-STPS, NOM-010-STPS, NOM-017-STPS y NOM-018-STPS (ver 2 Referencias).

9 EVALUACIÓN DE LA CONFORMIDAD

Cuando se requiera la evaluación de la conformidad del producto con la presente norma se deben incluir en el procedimiento correspondiente al menos los siguientes aspectos:

- En el caso de ser efectuada la evaluación de la conformidad por un organismo de certificación, éste deberá estar debidamente acreditado en esta norma de producto.
- 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 los hipocloritos se entregan en contenedores debe indicar en forma clara e indeleble los datos siguientes, cumpliendo con lo dispuesto en las normas oficiales mexicanas NOM-030-SCFI y NOM-050-SCFI (ver 2 Referencias).

- 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 los hipocloritos se entregan a en un envase de cualquier naturaleza y cuyo contenido puede ser variable, se debe incorporar en la factura o remisión la siguiente información, cumpliendo con lo dispuesto en la norma oficial mexicana NOM-030-SCFI (ver 2 Referencias).

- Nombre o denominación genérica del producto
- Denominación o razón social
- Domicilio fiscal
- Leyenda "HECHO EN MÉXICO" o el nombre del país de origen.
- Marca registrada
- Indicación de cantidad en kilogramos o en toneladas.
- Nombre y/o ubicación de la planta productora

Se debe cumplir con las características de las etiquetas que deben portar todos los envases y embalajes establecidos por la norma oficial mexicana NOM-003-SCT (ver 2 Referencias).

11 BIBLIOGRAFÍA

NMX-K-281-1968 Método de prueba para la determinación de la concentración de hipoclorito de sodio en solución. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 3 de febrero de 1969.

NMX-K-283-1968 Determinación de cloratos en soluciones de hipoclorito de sodio. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 22 de octubre de 1969.

NMX-Z-013/1-1977 Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.

ANSI/AWWA B300-92. AWWA Standard for Hypochlorites. American National Standard, American Water Works Association, Denver Colorado, U.S.A.

ASTM D2022 – 89 (Reapproved 1995), Standard Test Methods of Sampling and Chemical Analysis of Chlorine. Containing Bleaches, American Society for Testing and Materials.

British Standard BS 900:2000. Chemicals used for treatment of water intended for human consumption - Calcium hypochlorite.

British Standard BS 901:2000 Chemicals used for treatment of water intended for human consumption - Sodium hypochlorite.

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

National Standard of Canada. CAN/CGSB-15.32-93. Calcium Hypochlorite. Canadian General Standards Board, Ottawa, Canada, 1993.

National Standard of Canada. CAN/CGSB-15.31-93 Sodium Hypochlorite. Canadian General Standards Board, Ottawa, Canada, 1993.

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 mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México D.F., a

MIGUEL AGUILAR ROMO
DIRECTOR GENERAL

RCG/OMF/DLR.