

NMX-AA-125-SCFI-2006

**POTABILIZACIÓN DEL AGUA PARA USO Y CONSUMO
HUMANO – CLORO LÍQUIDO – ESPECIFICACIONES Y
MÉTODOS DE PRUEBA**

**POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN
COMSUMPTION – LIQUID CHLORINE – SPECIFICATIONS AND
TEST METHODS**

PREFACIO

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

- 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
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- PENNWALT, 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	5
5	Especificaciones	7
6	Muestreo	8
7	Métodos de prueba	11
8	Medidas de seguridad	26
9	Evaluación de la conformidad	26
10	Marcado, etiquetado y envase	26
11	Bibliografía	27
12	Concordancia con normas internacionales	28



SECRETARIA DE
ECONOMIA

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

POTABILIZATION OF WATER FOR USE AND HUMAN CONSUMPTION – LIQUID CHLORINE – 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 el cloro líquido utilizado para la potabilización del agua para uso y consumo humano, así como la metodología de muestreo y los métodos de prueba para determinarlas.

2 REFERENCIAS

Para la correcta interpretación de esta norma, 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-004-STPS-1999	Sistemas de protección y dispositivos de seguridad en la maquinaria y equipo que se utilice en los centros de trabajo, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de mayo 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.

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 porcentaje en masa o como concentración en g/L.

3.4 Cloro gas

Es el cloro en estado elemental que a presión normal se encuentra en estado gaseoso.

3.5 Cloro líquido

Es la forma comercialmente disponible de gas cloro licuado.

3.6 EINECS

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

3.7 Hastelloy C, acero inoxidable serie 400, Monel y acero inoxidable serie 300

Materiales compuestos que resisten la corrosión.

3.8 Humedad

Cantidad de agua contenida en una sustancia.

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 Presión de vapor

Presión ejercida por las moléculas de un líquido para volatilizarse y pasar a la fase de vapor. Es directamente proporcional a la temperatura.

3.11 Punto de ebullición

Temperatura a la cual la presión de vapor de un líquido iguala a la presión del sistema. Es directamente proporcional a la presión.

3.12 Punto de licuefacción

Temperatura a la que a una determinada presión, un gas pasa a la forma líquida.

3.13 Solubilidad en agua

Capacidad que tiene un compuesto o soluto de disolverse en el agua. Está dada por la relación entre la masa de soluto disuelta en un determinado volumen de agua. Dicha solubilidad depende directamente de la temperatura e inversamente de la presión.

3.14 Temperatura crítica y presión crítica

Temperatura máxima y presión máxima a las cuales los estados físicos líquido y vapor, de una sustancia, coexisten. Por encima de dichas temperatura y presión críticas no es posible distinguir entre líquido y vapor de esa sustancia como entidades separadas.

3.15 Tubing

Tubería de acero inoxidable u otra aleación resistentes a la corrosión.

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

4.1 Nombre químico

Cloro

4.2 Sinónimos

Ninguno

4.3 Fórmula química condensada

Cl₂

4.4 Masa molecular

70,906 g/mol.

4.5 Número de registro del CAS

7782-50-5

4.6 Referencia del EINECS

231-959-5

4.7 Designación numérica de las Naciones Unidas

UN - 1017

4.8 Propiedades físicas

4.8.1 Densidad

Líquido: 1,409 g/mL a 20 °C.
Gas: 3,169 Kg/m³ a 100 kPa a 0 °C.
2,945 Kg/m³ a 100 kPa a 20 °C.

4.8.2 Solubilidad en agua

7,26 g/L a 20°C y 100 kPa.

4.8.3 Presión de vapor

669 kPa a 20 °C.

4.8.4 Punto de ebullición a 100 kPa

-34 °C.

4.8.5 Punto de licuefacción

-101 °C a 100 kPa

4.8.6 Temperatura crítica

144 °C.

4.8.7 Presión crítica

7710,83 kPa.

4.9 Características físicas

El cloro licuado es de color ámbar. El cloro expelido de los tanques a alta presión adopta su forma gaseosa, el cloro gas es amarillo verdoso, 2,5 veces más denso que el aire. Tiene olor característico y sofocante.

4.10 Propiedades químicas

El cloro (gas o licuado) es un oxidante muy fuerte y puede reaccionar violentamente con algunos gases como el hidrógeno. Cuando está seco no reacciona con la mayoría de los metales pero en presencia de humedad, reacciona con casi todos ellos formando sus cloruros. Reacciona espontáneamente con el hierro y el acero a 251°C. El cloro seco reacciona espontáneamente con titanio metálico. Reacciona muy rápidamente con los compuestos orgánicos incluyendo aceites minerales y grasas.

NOTA.- En esta norma mexicana las concentraciones expresadas como por ciento se refieren a masa/masa.

5 ESPECIFICACIONES

5.1 Pureza del cloro líquido

El producto debe cumplir con los límites establecidos en la tabla 1.

Los métodos de prueba para la determinación de los valores de los parámetros de los productos se indican la tabla 1.

TABLA 1.- Parámetros para el cloro líquido

Parámetros	Límites permisibles	Método de prueba
Cloro disponible	99,5 %	7.3
Humedad	40 mg /kg	7.2
Residuos no volátiles	40 mg/kg	7.2
Anhídrido carbónico	0,20 %	7.3
Oxígeno	0,20 %	7.3
Nitrógeno	0,10 %	7.3

5.2 Sustancias tóxicas

El producto debe cumplir las especificaciones dadas en las tablas 2 y 3. Los métodos de prueba para determinar las sustancias tóxicas están señalados en las mismas tablas y se encuentran descritos más adelante en esta norma. Estas pruebas deben efectuarse como mínimo una vez al año.

TABLA 2.- Sustancias tóxicas orgánicas

Parámetros	Límite máximo mg/kg	Método de prueba
Tetracloruro de carbono	100	7.1
Trihalometanos	300	7.1

Esta prueba debe efectuarse como mínimo una vez al año

TABLA 3.- Sustancias tóxicas, metales

Parámetro	Límites máximos permisibles	Método de prueba
	mg/kg de cloro líquido	
Arsénico	0,5	7.4
Bario	0,5	7.4
Cadmio	0,5	7.4
Cobre	2,0	7.4
Cromo Total	0,5	7.4
Mercurio	0,5	7.4
Plomo	0,5	7.4
Zinc	0,5	7.4
Selenio	0,5	7.4

Estas pruebas deben efectuarse como mínimo una vez al año

5.3 Impurezas en general

No debe contener sustancias que deterioren la salud de los consumidores del agua tratada apropiadamente con el producto.

6 MUESTREO

Los métodos para el muestreo y los correspondientes métodos de prueba son proporcionados para ser realizados por personal capacitado, observando las normas de seguridad durante su manejo.

6.1 Ensamble del equipo de muestreo

Ensamble el equipo de muestreo como se muestra en la figura 1.

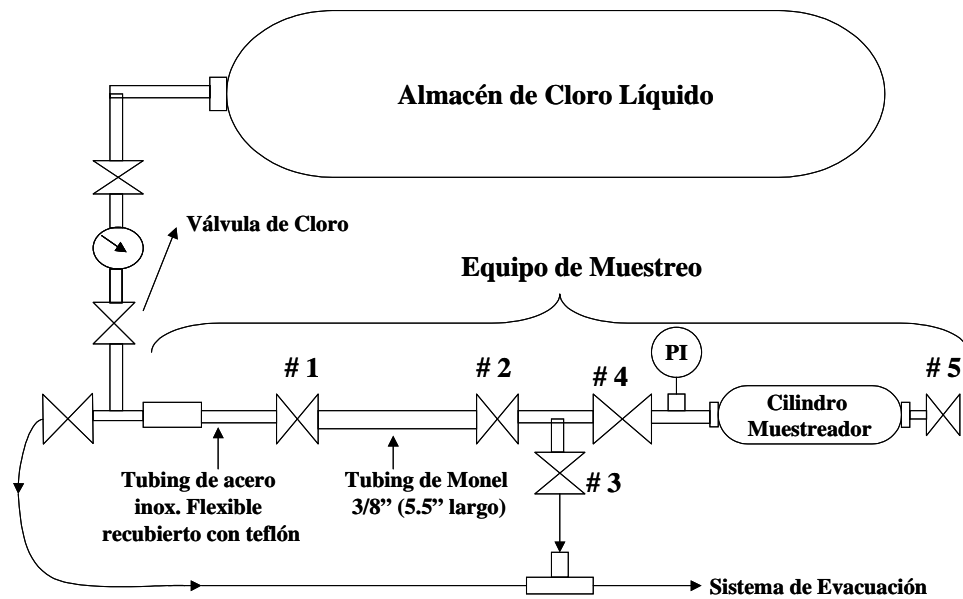


FIGURA 1.- Equipo de muestreo

6.2 Precauciones

El cloro es un material corrosivo y tóxico. El manejo de la muestra dentro del laboratorio debe realizarse con equipo adecuado para la extracción de gases. El análisis debe efectuarlo personal que esté familiarizado con el manejo del cloro.

El operador debe utilizar el equipo adecuado de protección respiratoria y de ojos. Aún el personal experimentado no debe realizar el muestreo y análisis solo, debido a los riesgos que implica el manejo de este producto.

6.3 Procedimiento

Verificar con el operador del área, que haya vacío en el sistema de evacuación y que el cloro esté recirculando.

Conectar el equipo de muestreo al sistema de vacío y al punto de muestreo del almacén de cloro.

Abrir todas las válvulas excepto la válvula # 5, evacuar el sistema usando la fuente de vacío.

Cerrar todas las válvulas y dejar operando el sistema de vacío.

Abrir la válvula del almacén de cloro líquido.

Proceder a a la limpieza del tubing muestreador como sigue:

- a) Abrir la válvula No. 3 que comunica al sistema de vacío.
- b) Abrir la válvula No. 1 por aproximadamente 15 s.
- c) Cerrar la válvula No. 1.
- d) Abrir lentamente la válvula No. 2 para que se evacuar el cloro atrapado en el tubing muestreador al sistema de vacío.
- e) Cerrar la válvula No. 2.

Repetir dos veces más (desde el paso b hasta el paso e) hasta que el tubing de muestreo haya sido llenado y vaciado un total de 3 veces.

Continuar con la limpieza del cilindro muestreador como sigue:

- a) Cerrar la válvula No. 3 y abrir la válvula No. 4.
- b) Abrir la válvula No. 1 por aproximadamente 15 s y posteriormente cerrarla.
- c) Abrir lentamente la válvula No. 2 y la válvula No. 3.
- d) Cerrar las válvulas 2 y 3.

Repetir tres veces más (desde el paso b hasta el paso d) para dar por terminada la limpieza.

Abrir la válvula No. 1 por aproximadamente 15 s y posteriormente cerrarla.

Abrir lentamente la válvula No. 2.

Cerrar la válvula No. 4.

Cerrar la válvula del cloro Líquido.

Evacuar todo el cloro contenido en las líneas, abriendo todas las válvulas excepto la válvula No. 4, la válvula No. 5 y la válvula de la fuente de cloro líquido.

Desconectar el cilindro muestreador del tubing de muestreo y el tubing de muestreo de la línea de cloro.

La muestra de cloro está lista para su análisis.

6.3 Preparación de la muestra para determinación de compuestos orgánicos volátiles

Adicionar aproximadamente 100 mL de la disolución absorbente (7.1.2) a la botella lavadora de gases.

Colocar la botella lavadora dentro del vaso de precipitado y adicionar suficiente hielo y agua para mantener fría la disolución.

Conectar un tubing a la válvula del cilindro.

Conectar el tubing a la entrada de la botella lavadora de gases.

Abrir la válvula del cilindro cuidadosamente y ajuste el flujo de tal manera que permita un burbujeo lento y continuo en la disolución absorbente, pero sin permitir que ésta se caliente.

Cerrar la válvula del cilindro hasta que todo el cloro haya pasado por la disolución absorbente (cantidad recomendable de 5 g a 10 g de cloro).

Desconectar la botella lavadora de gases y transferir el contenido a un matraz volumétrico de 500 mL. Lavar la botella lavadora de gases con pequeñas cantidades de agua desionizada y adicionar al matraz volumétrico, y finalmente llevar a aforo.

7 MÉTODOS DE PRUEBA

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

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 Determinación de compuestos volátiles orgánicos

Este método es aplicable para la determinación de cloroformo y tetracloruro de carbono en muestras de cloro líquido por cromatografía acoplada con espectrometría de masas.

7.1.1 Principio

Los compuestos volátiles orgánicos son transferidos de la fase acuosa a vapor por burbujeo de un gas inerte a través de una muestra líquida contenida en un depósito de purga a temperatura ambiente. Los vapores son barridos a través una trampa absorbadora para coleccionar los compuestos orgánicos. Después que la purga es completada, la trampa es calentada y barrida con el mismo gas inerte para desorber los compuestos hacia la columna de un cromatógrafo de gas. El cromatógrafo consta de un programa de temperaturas para la separación de los compuestos y como detector un espectrómetro de masas.

7.1.2 Reactivos

- Hielo
- Helio grado ultra alta pureza (uap)
- Metanol (grado pesticida ó para análisis de trazas orgánicas)
- Agua (para análisis de trazas orgánicas)
- Agua (para análisis de trazas orgánicas)
- Bióxido de carbono líquido grado 3,0 (cilindro con tubo eductor)
- Disolución absorbente de hipofosfito de sodio monohidratado
- Disolución de rojo de metilo
- Agua libre de sustancias orgánicas
- Disolución estándar de tetracloruro de carbono 100 µg/g (estándar patrón de calibración certificado)
- Disolución estándar de cloroformo 100 µg/g (estándar patrón de calibración certificado).
- Disolución de hidróxido de sodio 0,5 N

7.1.3 Material

- Jeringa de 5 mL
- Micro jeringas
- Hipoviales
- Botella lavadora de gases de 250 mL con tubo difusor
- Matraz volumétrico de 500 mL
- Botella aspiradora de 4L
- Agitador magnético.
- Vaso de precipitado de 2 litros.
- Agujas.
- Tubing de teflón o equivalente de ¼" DI.
- Manguera látex de 3/16"
- Matraz con tapón de teflón o equivalente o de preferencia vial de 10 mL
- Micro jeringa de 100 µL o micro pipeta capilar de vidrio

7.1.4 Aparatos e instrumentos

- Cromatógrafo de gases acoplado a un detector selectivo de masas y un sistema de purga y trampa.
- Espectrómetro de masas con capacidad de barrido de 35 uma - 300 uma $c/7$ s o menos de 70 ev.
- Interfase GC/MS
- Interfase de gases masas con un divisor abierto ó divisor director acorde a la columna empleada.
- Interfase capilar para conectar el concentrador purga y trampa a la columna capilar del cromatógrafo de gases.
- Sistema de purga y trampa. capaz de aceptar muestras de 5 ml y una columna de agua de por lo menos 3 cm. Trampa de al menos 25 cm de longitud con un diámetro interno mínimo de 3 mm.
- Columna capilar con las siguientes especificaciones del fabricante: 30 m x 0,32 mm x 1,8 m de espesor, temperatura máxima de 260°C.
- Sistema para muestreo (con cilindro y tubing muestreador)

7.1.5 Preparación de disoluciones

- Agua desionizada.

Llenar una botella aspiradora con agua desmineralizada o bidestilada y burbujear helio a través del agua por un mínimo de 20 minutos.

- Disolución absorbente

Disolver 240 g de hipofosfito de sodio monohidratado y 120 g de bromuro de potasio en aproximadamente 600 mL de agua purgada y desionizada con helio y diluir a 1 L.

- Disolución de indicador rojo de metilo

Disolver 0,1 g de rojo de metilo en 100 mL de metanol y mezclar por 30 minutos.

- Disolución de hidróxido de sodio 0,5 N

Disolver 20 g de hidróxido de sodio en agua hervida libre de CO₂ y llevar a aforo a 1 L en un matraz volumétrico.

- Estandarización de la disolución de hidróxido de sodio 0,5 N

Poner a secar Ftalato ácido de Potasio (KHC₈H₄O₄) grado estándar, en un recipiente de vidrio a 120°C durante 2 h, enfriar en el desecador.

Pesar 4,5 g de ftalato ácido de potasio en un vaso de precipitado de 250 mL previamente tarado y disolver en 100 mL de agua neutra, adicionar 3 ó 4 gotas del

indicador fenolftaleína y titular con la disolución estándar de hidróxido de sodio hasta la aparición de un color rosa tenue.

Cálculos:

$$N = \left(\frac{M}{0,204\ 23 * V} \right)$$

donde:

N es la normalidad de la disolución estándar de hidróxido de sodio;
M es la masa del ftalato ácido de potasio utilizado, en g;
0,204 23 son los miliequivalentes del ftalato ácido de potasio, y
V es el volumen de hidróxido de sodio requeridos en la titulación en mL.

7.1.6 Procedimiento

7.1.6.1 Encendido del instrumento

Ponga en posición de encendido los interruptores del monitor, impresora, CPU y Cromatógrafo. Siga las instrucciones del fabricante para inicializar el software correspondiente así como el sistema de purga y trampa y las condiciones que este último debe tener para iniciar el análisis. Esperar el tiempo necesario para su estabilización.

7.1.6.2 Condiciones de operación

Seguir las instrucciones del fabricante para introducir las condiciones de operación.

Verificar que se encuentren establecidas las siguientes condiciones de operación, mismas que pueden variar de acuerdo al equipo:

Temperatura del horno = (45°C durante 1 min) (240°C durante 5 min) con incrementos de 20°C/min

Flujo total de entrada = 22 mL/min - 24 mL/min

Presión del flujo de entrada = 10,3 kPa (1,5 psi)

Temperatura del flujo de entrada = 240°C

Temperatura del auxiliar 2 = 280 °C

Flujo de la fase móvil (helio) = 1,4 mL/min

Realizar una autopruueba y verificar que se cumplan los parámetros del equipo de acuerdo al manual de operación.

7.1.6.3 Determinación de cloro, para determinar el tamaño de muestra

Adicionar 10 mL de la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.

Adicionar aproximadamente 2 a 4 gotas de indicador rojo de metilo y titular con una disolución valorada de hidróxido de sodio aproximadamente 0,5 N hasta el vire de rosa a rosa-naranja, registrar los mL requeridos en la titulación.

Calcular la masa del cloro, en g, usando la siguiente ecuación:

$$g Cl_2 = \frac{V \times N \times 0,035\ 46 \times 500}{V_o}$$

donde:

- V es el volumen de disolución estándar de hidróxido de sodio requerido en la titulación, en mL;
N es la normalidad de la disolución estándar de hidróxido de sodio, y
Vo es el volumen de muestra, en mL.

7.1.6.4 Verificación de la calibración

Con base en la curva de calibración correspondiente

1. En una jeringa con 5 mL de agua desionizada, adicione 10 µL de disolución estándar (100 µg/mL) de CCl₄ y 10 µL. de disolución estándar (100 µL/mL) de CHCl₃.
2. Inyectar en el depósito de purga del concentrador purga y trampa
3. Verificar una desviación máxima de ± 5% con respecto al valor del estándar.
4. Si cumple continuar con el análisis de la muestra.
5. Repetir del paso 2 al 5 las veces necesarias para comprobar la desviación y proceder a recalibrar.

7.1.6.5 Análisis de la muestra

Seguir las instrucciones del fabricante para iniciar el software e inyectar 5 mL de muestra, iniciar el proceso de purga y trampa así como el análisis por cromatografía gases masas.

7.1.7 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular la concentración de compuestos orgánicos contenidos en la muestra, con la siguiente ecuación y expresar el resultado como mg/kg.

$$mg / kg \text{ de } CCl_4 = \frac{(R)(V)}{M}$$

$$mg / kg \text{ de } CHCl_3 = \frac{(R)(V)}{M}$$

donde:

V es el volumen de la disolución absorbadora = 0,5 L;
R es el resultado del análisis cromatográfico en $\mu\text{g/L}$, y
M es la masa de cloro líquido absorbido en g.

7.1.8 Calibración

Los pasos para preparar la curva de calibración son:

7.1.8.1 Antes de efectuar la calibración, corra un blanco de agua libre de sustancias orgánicas, para análisis de trazas o equivalente. El resultado de la concentración de los contaminantes no deberá exceder el $0,1\mu\text{g/L}$.

7.1.8.2 Preparar la solución estándar de referencia a partir de materiales estándares certificados puros.

- a. Talar el recipiente donde se va a efectuar la preparación. (matraz con tapón de teflón o equivalente o de preferencia vial de 10 mL).
- b. Coloque aproximadamente 9,8 mL de metanol (grado pesticida o equivalente).
- c. Dejar reposar sin tapar por aproximadamente 10 minutos o hasta que todo el metanol que hubiera en las paredes del recipiente se haya evaporado.
- d. Anotar la masa del alcohol contenido en el recipiente con una precisión de 0,1 mg.

- e. Adicione inmediatamente dos gotas del material de referencia utilizando una micro jeringa de 100 μL o una micro pipeta capilar de vidrio.
 - f. Pese nuevamente el recipiente, tápelo y mezcle el contenido por inversiones sucesivas durante aproximadamente 1 min. El tapón o sello deberá ser de teflón o equivalente.
 - g. Calcule la concentración de la disolución obtenida en microgramos por microlitro. Corrija la concentración a partir de la pureza del material.
 - h. Almacene estas disoluciones de referencia a temperaturas entre -10°C y -20°C , protegido de la luz, mantener un mínimo espacio entre el líquido y el tapón.
- 7.1.8.3 Utilice la solución estándar de referencia para la preparación de soluciones estándares secundarias diluidas en metanol, de tal forma que se obtenga una concentración cercana a los 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$; éstas pueden prepararse individualmente o mezclando los componentes de interés. Almacene estas disoluciones a 4°C protegido de la luz. Estos estándares pueden ser almacenados hasta por un mes siempre y cuando no haya espacio entre el líquido y el tapón, de lo contrario desecharse después de 24 h. (Alternativamente pueden adquirirse comercialmente estas disoluciones certificadas a la concentración deseada).
- 7.1.8.4 Utilizando una micro jeringa de 25 μL , prepare por lo menos tres disoluciones de diferentes concentraciones para cada componente a evaluar, midiendo 20 μL de la disolución secundaria y diluyendo a 50, 250, 500 o al volumen de agua (libre de sustancias orgánicas, para análisis de trazas o equivalente) necesaria para que las concentraciones estén dentro del rango esperado para las muestras. Estos estándares en solución acuosa pueden ser almacenados hasta por 24 h siempre y cuando no haya espacio entre el líquido y el tapón, de lo contrario desecharse después de una hora.
- 7.1.8.5 Coloque 10 μL del estándar acuoso (obtenido en el paso anterior) directamente en la jeringa de 5 mL conteniendo agua (libre de sustancias orgánicas, para análisis de trazas o equivalente) e inyecte de la misma manera que analiza las muestras. Repita para cada uno de las diferentes concentraciones de los estándares necesarios para la elaboración de la curva.
- 7.1.8.6 Repita el paso anterior usando la matriz (disolución de hipofosfito de sodio + bromuro de potasio K Br) en la jeringa de 5 mL.

7.1.8.7 Tabular los valores de respuesta obtenidos contra las concentraciones de cada componente para elaborar la gráfica, o bien, utilizar el software adecuado para la calibración del equipo capturando los datos obtenidos.

7.1.8.8 Una vez obtenidos los datos calcule el factor de respuesta como sigue:

$$FR = \frac{(A)(C_o)}{(A_o)(C)}$$

donde:

A es la respuesta para el estándar en agua;
Ao es la respuesta para el estándar en la matriz;
C es la concentración del estándar en agua, y
Co es la concentración del estándar en la matriz.

Los tiempos de retención pueden variar, sus valores aproximados son:

TR Cloroformo = 3,73 min

TR Tetracloruro de carbono = 3,96 min

NOTAS:

1. Evite que la muestra se caliente durante la absorción.
2. Inyecte las muestras inmediatamente después de la absorción.
3. Evite la contaminación por acarreo, colocando en el depósito de purga 5 mL de agua grado reactivo y enseguida efectúe una corrida de análisis.
4. Mantenga los hipoviales en la estufa para evitar que se contaminen.
5. Verifique la calibración con estándares recién abiertos o preparados (a partir de estándares puros) al momento de utilizarlos.
6. Verificar la calibración una vez al mes archivar los resultados.

7.2 Determinación de residuos no volátiles y humedad

Este procedimiento aplica para la determinación de humedad y residuos no volátiles en muestras de cloro líquido.

7.2.1 Principio

La humedad es determinada por el paso de la muestra vaporizada a través de un bulbo nesbitt empacado con perclorato de magnesio $Mg(ClO_4)_2$ el cual absorbe la humedad y se determina gravimétricamente.

Los residuos no volátiles, por definición, son los residuos que se retienen en el frasco después de que el cloro líquido ha sido evaporado completamente y brevemente aireado con aire seco. Esta determinación es también un procedimiento gravimétrico.

7.2.2 Reactivos

- Acetona CH_3COCH_3
- Perclorato de magnesio anhidro $Mg(ClO_4)_2$
- Fibra de vidrio
- Nitrógeno prepurificado
- Disolución de hidróxido de amonio 1:1

7.2.3 Material

- Material común de laboratorio.

7.2.4 Aparatos e instrumentos

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

7.2.5 Preparación de disoluciones

- Disolución de hidróxido de amonio 1:1

Adicionar 500 mL de hidróxido de amonio en 500 mL de agua destilada y mezclar bien.

7.2.6 Procedimiento

7.2.6.1 Preparación y acondicionamiento del bulbo nesbitt

- Remover todos los lubricantes de las juntas de vidrio y la humedad de los bulbos de absorción por enjuague de acetona primero, luego con agua destilada y secar en la estufa a 105 °C durante 1 h.
- Colocar en el fondo del bulbo nesbitt, 2,5 cm de fibra de vidrio, agregar el perclorato de magnesio $Mg(ClO_4)_2$, dejando 2,5 cm libre para colocar otra capa de fibra de vidrio, poner grasa de silicón en las juntas y sujetar la tapa al cuerpo del bulbo nesbitt con ligas de hule para evitar fugas.
- Conectar el bulbo absorbedor de humedad a un cilindro de cloro, dejar pasar una cantidad de cloro gas equivalente a 500 g de cloro líquido, luego pase aire seco a 800 mL por minuto durante 20 min (acondicionar de esta manera los bulbos nesbitt nuevos).

7.2.6.2 Determinación de humedad y residuos no volátiles

- Ponga el bulbo nesbitt acondicionado y el matraz erlenmeyer esmerilado de 500 mL en la balanza analítica por 10 min y anote las masas.
- Ponga el matraz en la balanza y pese aproximadamente 200 g de cloro líquido, (dentro de la campana extractora) anote la masa de la muestra
- Coloque al matraz un tapón con junta de vidrio, abrir la válvula del bulbo nesbitt, ensamblar, permitir el paso del gas a través del bulbo y que el cloro se volatilice (se requieren de 1 1/2 a 2 h); purgar la salida en sosa diluida.
- Limpiar el matraz y colocarlo a una línea de vacío para eliminar por completo los gases de cloro que se encuentren dentro del matraz.
- Pasar a través del bulbo nesbitt nitrógeno prepurificado con flujo suave por 10 min.
- Cerrar la válvula del nitrógeno y la válvula del bulbo nesbitt y retirar del sistema.
- Limpiar con una franela y permitir se acondicione por 30 min. Pesar con precisión de 0,000 1 g y anotar la masa del matraz que contiene los residuos no volátiles y del bulbo absorbedor de humedad.

DIAGRAMA DE MUESTREO PARA EL ANÁLISIS DE HUMEDAD EN
CLORO LÍQUIDO

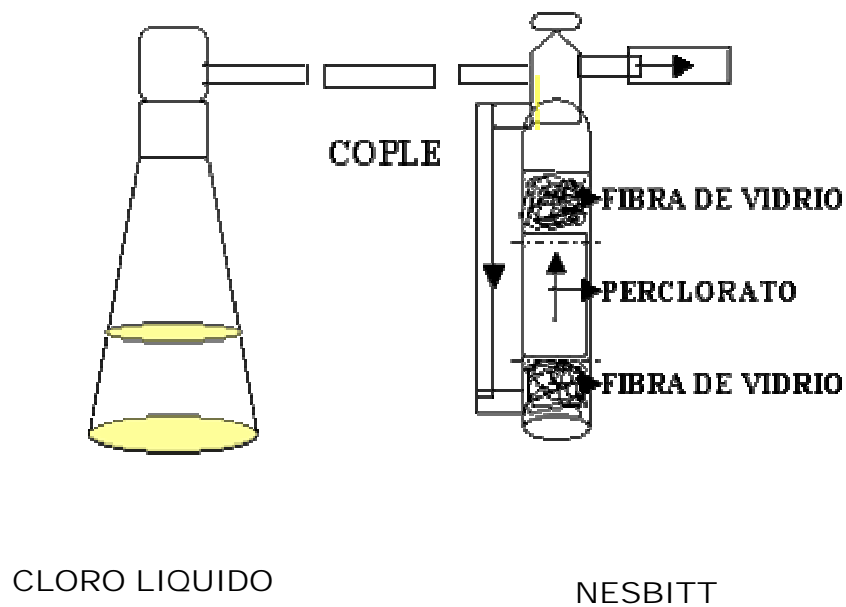


FIGURA 2.- Diagrama de muestreo para el análisis de humedad

7.2.7 Cálculos y expresión de los resultados

7.2.7.1 El contenido de residuos no volátiles, RNV, expresado en mg/kg, se obtiene por la siguiente ecuación:

$$mg / kg RNV = \frac{(m2 - m1) \times 10^6}{m}$$

donde:

m1 es la masa inicial del matraz expresado en gramos;
m2 es la masa final del matraz expresado en gramos, y
m es la masa de la muestra expresado en gramos.

7.2.7.2 El contenido de humedad, expresado en mg/kg, se obtiene por la siguiente ecuación:

$$mg / kg H_2O = \frac{(m2 - m1) \times 10^6}{m}$$

donde:

m1 es la masa inicial del bulbo nesbitt expresado en gramos;
m2 es la masa final del bulbo nesbitt expresado en gramos, y
m es la masa de la muestra expresado en gramos.

7.3 Determinación de pureza del cloro

Se utiliza para la determinación de la pureza del cloro y el contenido de oxígeno, nitrógeno y bióxido de carbono.

7.3.1 Principio

El cloro vaporizado es inyectado en un cromatógrafo de gases a través del puerto de inyección utilizando una válvula de muestreo de gases de 10 puertos y una válvula para controlar el flujo. La separación tiene lugar en una columna empacada de Porapak Q o equivalente, con un tamiz molecular de 0,5 η m (5 angström). de una longitud apropiada para que los picos no coincidan (no se encimen). Cualquier componente que aparezca al mismo tiempo que los componentes de interés, puede interferir con este análisis.

7.3.2 Reactivos

- Helio grado 4,5 (gas de acarreo)
- Nitrógeno grado 5,0 (gas de acarreo)
- Mezcla grado patrón de calibración
- Concentraciones aproximadas: % v/v O₂ = 0,20; % N₂ = 0,10; % CO₂ = 0,30
- Solución de hidróxido de sodio al 15% aproximadamente
- Disolución de ácido clorhídrico 1:1

7.3.3 Material

- Jeringas de plástico de 20 mL

7.3.4 Aparatos e instrumentos

- Cromatógrafo de gases equipado con detector de conductividad térmica
- Manómetro de 1,4 MPa (200 psi)

7.3.5 Preparación de disoluciones

Disolución de ácido clorhídrico 1:1

Diluya 500 ml de ácido clorhídrico concentrado en 500 ml de agua destilada.

7.3.6 Procedimiento

7.3.6.1 Encendido del instrumento

Ponga en posición de encendido los interruptores del monitor, impresora y el CPU.

7.3.6.2 Verificación de la calibración

Determinar la respuesta de cada componente (O₂, N₂ y CO₂) del estándar de calibración, analizarlo como la muestra.

Inyectar en el cromatógrafo el estándar, purgue la jeringa para desalojar el aire varias veces antes de tomar la muestra definitiva, siga las instrucciones del fabricante (la salida del cromatógrafo debe estar siempre sumergida en una solución diluida de hidróxido de sodio).

En todos los casos aparecerá al final de la corrida un reporte con el cromatograma del estándar y los porcentajes en volumen de cada impureza [hidrógeno (H₂), oxígeno (O₂), nitrógeno (N₂) y bióxido de carbono (CO₂)] detectadas en la muestra.

Obtenga los factores de respuesta (RF) de la siguiente forma:

$$RF = \frac{A_i}{(C_i)(V_i)}$$

donde:

A_i es el área del componente *i*;

C_i es la concentración del componente *i* (%) en volumen, y

V_i es el volumen de estándar inyectado (V_i = 1 si la muestra es de 1 mL).

Se recomienda efectuar por lo menos tres corridas y usar el promedio de los valores como RF.

Si ya están dentro de los límites, capturarlos en el registro correspondiente; en caso contrario repetir la recalibración máximo 2 veces.

7.3.6.3 Análisis de la muestra

Conectar la bala al puerto de inyección del cromatógrafo de gases, la salida del mismo debe estar siempre sumergida en una solución diluida de hidróxido de sodio. Abrir la válvula de la bala y ajustar el flujo del cloro de tal manera que el burbujeo en la solución diluida sea lento y constante (barrer por aproximadamente 10 s - 15 s) e iniciar la corrida.

El tiempo de análisis dependerá de cada instrumento; generalmente el tiempo máximo de análisis será de 10 min. Calcular el área [en algunos casos aparecerá al final de la corrida un reporte con el cromatograma de la muestra y los porcentajes en volumen de cada impureza o áreas de hidrógeno (H₂), oxígeno (O₂), nitrógeno (N₂) y bióxido de carbono (CO₂)] detectada en la muestra. Depende del equipo utilizado para registrar las señales (registrator, integrador o computadora).

Para cada componente la concentración se obtiene con la siguiente ecuación:

$$\text{Concentración} = \frac{\text{Area}}{\text{RF}}$$

7.3.7 Cálculos y expresión de los resultados

7.3.7.1 Calcular el % en volumen de pureza en la muestra de cloro líquido, aplicando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Pureza (como Cl}_2) = 100\% - (\text{O}_2 + \text{N}_2 + \text{CO}_2)$$

donde:

O₂ es el oxígeno expresado como % en volumen;
N₂ es el nitrógeno expresado como % en volumen, y
CO₂ es el bióxido de carbono expresado como % en volumen.

7.3.7.2 Calcular el % en masa de la pureza de la muestra de cloro líquido como sigue:

Determinar los gramos equivalentes de cada una de las características multiplicando el porcentaje en volumen por su respectiva masa molecular:

$$\text{g. Cl}_2 = \text{Cl}_2 (\% \text{ Vol}) \times 71$$

$$g. O_2 = O_2 (\% \text{ Vol}) \times 32$$

$$g. N_2 = N_2 (\% \text{ Vol}) \times 28$$

$$g. CO_2 = CO_2 (\% \text{ Vol}) \times 44$$

$$\text{Masa total} = (Cl_2 + O_2 + N_2 + CO_2)$$

Calcular el % en masa de cada uno de los constituyentes de la muestra, aplicando las siguientes ecuaciones, la masas total se expresa en g:

$$\% Cl_2 \text{ en masa} = \frac{g Cl_2 \times 100}{\text{Masa total}}$$

$$\% O_2 \text{ en masa} = \frac{g O_2 \times 100}{\text{Masa total}}$$

$$\% N_2 \text{ en masa} = \frac{g N_2 \times 100}{\text{Masa total}}$$

$$\% CO_2 \text{ en masa} = \frac{g CO_2 \times 100}{\text{Masa total}}$$

7.4 Determinación de sustancias tóxicas (metales)

Las sustancias tóxicas (metales) se determinarán a partir del residuo no volátil obtenido en 7.2, 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. El resto de los elementos de la tabla 3, se analizará por quelación y extracción con metil isobutil cetona (MBIK).

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

Los cilindros, contenedores o carros tanque utilizados para envasar el cloro deben 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

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-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 B301-92. AWWA Standard for Chlorine. American National Standard, American Water Works Association, Denver Colorado, U.S.A.

ASTM E410-98 Standard Test Method for Moisture and Residue in Liquid Chlorine.

ASTM E-1746–95, Standard Sampling and analysis of liquid chlorine for gaseous impurities, American Society for Testing and Materials, U.S.A.

British Standard BS EN 937:1999. Chemicals used for treatment of water intended for human consumption - Chlorine. British Standards Institution. 389 Chiswick High Road, London, W4 4AL.

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

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.