



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NORMA MEXICANA

NMX-K-039-SCFI-2009

**SULFATO DE ALUMINIO PARA USO INDUSTRIAL -
ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-K-039-1971)**

**ALUMINUM SULFATE FOR INDUSTRIAL USE -
SPECIFICATIONS AND TEST METHODS**



PREFACIO

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

- ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUÍMICA, A.C.
- CENTRO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN DE PRODUCTOS, A.C.
- KEMIRA DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- MOLIENDAS TIZAYUCA, S.A. DE C.V.
- SILICATOS Y DERIVADOS, S.A. DE C.V.



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	6
5	ESPECIFICACIONES	7
6	MUESTREO	10
7	MÉTODOS DE PRUEBA	11
8	MEDIDAS DE SEGURIDAD	28
9	EVALUACIÓN DE LA CONFORMIDAD	29
10	MARCADO	29
11	VIGENCIA	30
12	BIBLIOGRAFÍA	30
13	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	31



NORMA MEXICANA

NMX-K-039-SCFI-2009

SULFATO DE ALUMINIO PARA USO INDUSTRIAL - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-K-039-1971)

ALUMINUM SULFATE FOR INDUSTRIAL USE - SPECIFICATIONS AND TEST METHODS

0 INTRODUCCIÓN

La necesidad de abastecer sulfato de aluminio a la industria en general requiere de un marco técnico para normalizar los diferentes productos y sus métodos de análisis. Este producto es utilizado en diferentes aplicaciones por una amplia diversidad de empresas.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece las especificaciones para el sulfato de aluminio como producto químico para uso industrial, así como la metodología de muestreo y los métodos de prueba para determinarlas.

Esta norma mexicana aplica a producto denominado sulfato de aluminio para uso industrial que se comercializa en territorio nacional.

La Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el: 27 de Agosto de 2009



2 REFERENCIAS

Para la correcta utilización de esta norma mexicana es necesario consultar y aplicar las siguientes normas oficiales mexicanas y normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:

- | | |
|-------------------|---|
| NOM-003-SCT/2008 | 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 15 de agosto de 2008. |
| NOM-004-STPS-1999 | Sistemas de protección y dispositivos de seguridad en la maquinaria y equipo que se utilice en los centros de trabajo. (Con la entrada en vigor de la presente Norma se cancelan las siguientes Normas Oficiales Mexicanas: NOM-107-STPS-1994, NOM-108-STPS-1, 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 09 de diciembre de 2008. |



NOM-018-STPS-2000	Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo. (Cancela a la NOM-114-STPS-1994), publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de octubre de 2000.
NOM-030-SCFI-2006	información comercial-declaración de cantidad en la etiqueta-especificaciones, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 06 de noviembre de 2006.
NOM-050-SCFI-2004	Información comercial-Etiquetado general de productos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 01 de junio de 2004.
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.
NMX-CH-152-IMNC-2005	Metrología en química-vocabulario. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de diciembre de 2005.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Alúmina:

Mineral que contiene aluminio combinado como trióxido de aluminio (Al_2O_3).



3.2 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 y reactivos, y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema (NMX-AA-115-SCFI-2001) (véase 2).

3.3 CAS:

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

3.4 Densidad:

Es la relación de la masa de una sustancia con respecto al volumen que ocupa.

3.5 EINECS:

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

3.6 Grados Baumé (°Bé):

Es una escala que expresa la densidad o gravedad específica de una solución. Para valores de gravedad específica superiores a la del agua, la relación entre la gravedad específica y los °Bé es como sigue:

$$ge[g/mL] = \frac{145}{145 - ^\circ B\acute{e}}$$

Donde:

ge es la gravedad específica

°Bé son los grados Baumé

3.7 Hidrólisis:

Ruptura o descomposición de los compuestos químicos por acción del agua.



3.8 Masa constante:

Es la masa de un recipiente o material de laboratorio, vacío o conteniendo el producto bajo estudio el cual permanece invariable después de asegurar que se ha eliminado la humedad mediante la aplicación de calor (NMX-CH-152-IMNC-2005) (véase 2).

3.9 Material activo del sulfato de aluminio (alúmina combinada):

Es el aluminio soluble en agua que se encuentra combinado como sulfato de aluminio, $Al_2(SO_4)_3$. El material activo también se denomina alúmina activada.

3.10 Punto de cristalización:

Temperatura a la cual un sólido en disolución comienza a formar una red sólida cristalina.

3.11 Solubilidad en agua:

La capacidad que tiene un compuesto o soluto de disolverse en el agua. Está dada por la relación entre la masa del soluto que es disuelta en un determinado volumen de agua, y depende directamente de la temperatura e inversamente de la presión.

3.12 Sulfato de aluminio líquido:

Disolución, con diferentes porcentajes en masa, de la forma sólida de sulfato de aluminio.

3.13 Sulfato de aluminio sólido:

El producto de reacción entre el ácido sulfúrico y un mineral rico en aluminio. Se refiere al aluminio (III) soluble en agua que se encuentra combinado como sulfato de aluminio. Su fórmula química es $Al_2(SO_4)_3 \cdot nH_2O$. En forma seca se presenta como terrones, polvo o granular.



3.14 Trióxido de aluminio libre o alumbre alcalino:

Es el aluminio soluble en agua que no está combinado como sulfato de aluminio $[Al_2(SO_4)_3]$, sino como trióxido de aluminio (Al_2O_3), y se expresa como "trióxido de aluminio libre" (Al_2O_3 libre).

3.15 Trióxido de aluminio o alúmina:

Es otra manera de reportar el material activo que contiene el sulfato de aluminio expresado como Al_2O_3 .

4 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

4.1	Nombre químico	Sulfato de aluminio
4.2	Sinónimo	Alumbre
4.3	Fórmula química	$Al_2(SO_4)_3 \cdot n H_2O$
4.4	Masa molecular	342,14 g/mol ($Al_2(SO_4)_3$)
4.5	Número de registro del CAS	$Al_2(SO_4)_3$ 10043-01-3
4.6	Número de registro del EINECS	$Al_2(SO_4)_3$ 233-135-0
4.7	Propiedades físicas	
4.7.1	Densidad	

Las densidades de las disoluciones de sulfato de aluminio libre de hierro están dadas en la Tabla 1, y dependen de las concentraciones de material activo expresadas en gramos de sulfato de aluminio por mililitro de disolución (g/ml) y en Grados Baumé; son valores típicos o aproximados que varían con la acidez y contenido de hierro.



TABLA 1.- Densidades de las disoluciones del sulfato de aluminio libre de hierro

% Al ₂ O ₃	% Al ₂	Densidad °Bé	Densidad g/ml a 15°C
7,30	3,86	32,5	1,2889
7,40	3,92	33,0	1,2946
7,50	3,97	33,5	1,3004
7,70	4,07	34,0	1,3063
7,80	4,13	34,5	1,3098

4.7.2 Solubilidad en agua

Se recomienda no utilizar disoluciones con concentraciones mayores a 8 % de Al₂O₃ (equivalente a 4,2 % de aluminio ó 42,4 g de aluminio por kg de disolución) en masa a temperaturas cercanas a 0 °C, para evitar la sedimentación.

4.7.3 Punto de cristalización

Es de -7 °C para una disolución que contiene 8 % de Al₂O₃ (equivalente a 4,2 % de aluminio ó 42,4 g de aluminio por kg de disolución).

4.8 Propiedades químicas

El sulfato de aluminio presenta sales hidratadas y disoluciones ácidas. Cuando el sulfato de aluminio se encuentra muy diluido, se hidroliza y forma un precipitado de hidróxido de aluminio. Los compuestos de aluminio son anfóteros, es decir, pueden actuar indistintamente como ácidos o como álcalis según el medio en el que se encuentren, por lo que deben ser utilizados en un intervalo determinado de pH.

5 ESPECIFICACIONES

El sulfato de aluminio se comercializa con dos grados distintos de calidad, conocidos como estándar y libre de hierro, siendo sus principales diferencias los contenidos de hierro, ácido sulfúrico y material activo (aluminio).



5.1 Apariencia

5.1.1 Sólido

El sulfato de aluminio en forma sólida debe tener apariencia seca y limpia, y puede presentarse como polvo o gránulos blancos a grises para el libre de hierro y ámbar para el estándar y tener diferentes tamaños de partícula.

5.1.2 Líquido

El sulfato de aluminio en esta forma debe ser translúcido.

5.2 Tamaño de partícula del sulfato de aluminio granular

El 100 % del producto debe pasar por malla de 4,75 mm y no menos del 90 % del producto debe pasar por malla de 1,70 mm. El método de prueba para determinar el tamaño de partícula del producto está descrito en el punto 7.1 de esta norma mexicana.

5.3 Pureza del sulfato de aluminio

El sulfato de aluminio es el resultado de diversos procesos de fabricación, y aunque su pureza puede variar, no debe ser, en ningún caso, una mezcla de productos comerciales, y debe cumplir con el contenido de material activo especificado en la Tabla 2; el método de prueba para determinarlo está indicado en la misma tabla.

TABLA 2.- Contenido del aluminio y alúmina (%) como material activo

Clase de producto	Presentación	Contenido mínimo de aluminio %	Contenido mínimo de alúmina %	Método de prueba
Estándar	Líquido	3,1	5,9	7.5 ó 7.6
Estándar	Sólido	8,9	16,9	7.5 ó 7.6
Libre de hierro	Líquido	3,1	5,9	7.5 ó 7.6
Libre de hierro	Sólido	8,9	16,9	7.5 ó 7.6



5.4 Impurezas

5.4.1 Material insoluble en agua

- a) Para el sólido Máximo 1,5 % en masa.
- b) Para el líquido Máximo 0,5 % en masa.

El método de prueba para determinar material insoluble en agua está descrito en el punto 7.2 de esta norma mexicana.

5.4.2 Contenido de trióxido de aluminio libre.

No debe ser mayor del 0,5 %.

5.4.3 Acidez libre como ácido sulfúrico.

No debe ser mayor a 1,5 % para líquido y 0,5 % para sólido.

El método de prueba para determinar 5.4.2 y 5.4.3 está descrito en el punto 7.3 de esta norma mexicana.

5.4.4 Hierro total

El producto debe cumplir las especificaciones dadas en la Tabla 3. El método de prueba está indicado en la misma tabla.

TABLA 3.- Límites de hierro

Grado	Impureza	Límite máximo mg Fe ₂ O ₃ /kg de Al ₂ (SO ₄) ₃ sólido al 17 % de alúmina,	Límite máximo g Fe/kg de Al	Método de prueba
Libre de hierro	Fe	100	0,8	7.4
Estándar	Fe	27 500	216	7.4

El usuario podrá solicitar menores niveles de concentración de hierro (como Fe₂O₃ o como Fe)



5.5 Sustancias tóxicas

El sulfato de aluminio no debe contener sustancias tóxicas que rebasen los límites fijados por el consumidor final.

6 MUESTREO

El muestreo se efectuará en el producto terminado y envasado. El muestreo tendrá como fin verificar si las muestras cumplen con las especificaciones establecidas.

6.1 Muestreo de líquidos a granel.

Se deberán tomar cinco muestras de 100 ml aproximadamente, a diferentes alturas o sectores del recipiente de almacenamiento a granel. Las muestras individuales se deberán combinar y mezclar concienzudamente para formar una mezcla compuesta de 500 ml aproximadamente. La muestra se vaciará en tres recipientes herméticos, de 125 ml aproximadamente, de vidrio o de otro material adecuado, a prueba de humedad y sellados. Cada recipiente estará claramente etiquetado con el nombre del producto, tipo del contenedor muestreado, nombre del productor, datos del muestreo, lugar de producción y muestreo, número de lote y la firma del responsable del muestreo.

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

6.2 Muestreo de envases (sacos o tambores).

Se deberá obtener una mezcla compuesta de los lotes de sulfato de aluminio envasado, muestreando aproximadamente el 5 % de los contenedores del lote, con un mínimo de dos y un máximo de 15 contenedores muestreados y serán tomadas a diferentes niveles o sectores del recipiente de almacenamiento. Para el caso de los sólidos, se deberá homogeneizar la muestra con la técnica del cuarteo. La muestra se vaciará en tres recipientes herméticos de vidrio o de otro material adecuado, de 160 g aproximadamente. 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 μohm).

El sistema de unidades utilizado en la presente norma debe cumplir con lo establecido en la norma oficial mexicana NOM-008-SCFI-2002 (véase 2).

7.1 Determinación del tamaño de partícula del sulfato de aluminio granular

7.1.1 Principio

Determinación de la distribución del tamaño de partícula de una muestra representativa de sulfato de aluminio granular.

7.1.2 Reactivos y Materiales

- Tamices metálicos (diámetro = 200 mm) con las siguientes medidas de 4,75 mm y 1,70 mm.

7.1.3 Aparatos y/o instrumentos

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

7.1.4 Procedimiento

7.1.4.1 Tratamiento de la muestra

- Pesar 100 g y tamizarla durante 10 min. La cantidad de polvo retenido en el tamiz se pesa.
- La cantidad de polvo retenido en cada uno de los tamices se pesa y se expresa como porcentaje total de la muestra.



7.1.5 Cálculos y expresión de los resultados

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

$$m_{rt} = \frac{m_i}{m} \times 100$$

Donde:

- m_{rt} es la masa retenida en cada tamiz en por ciento.
- m_{10} es la masa del polvo retenido en tamiz 10 en g
- m_{100} es la masa del polvo retenido en tamiz 100 en g
- m_i m_{10} y m_{100} para tamiz 10 y tamiz 100 respectivamente
- m es la masa total de la muestra en g

7.2 Determinación del material insoluble en agua

7.2.1 Principio

El método se basa en la medición gravimétrica del material retenido en un filtro de una muestra de producto disuelta en agua a temperatura de ebullición.

7.2.2 Reactivos y materiales

- Agua destilada
- Material de vidrio de uso común en laboratorio
- Crisol tipo Gooch de vidrio de porosidad media

7.2.3 Aparatos y/o instrumentos

- Balanza analítica, con exactitud de 0,1 mg
- Estufa de secado para laboratorio

7.2.4 Procedimiento:

- Pesar con exactitud de 0,0001 g de 10 g a 40 g de muestra sólida y transferir a un vaso de precipitados.
- Disolver con 100 ml aproximadamente de agua destilada.
- Someter a ebullición y mantener así hasta que todo el sulfato de aluminio se disuelva.
- Filtrar la disolución en un crisol Gooch con filtro de microfibra de vidrio con tamaño de poro nominal de 1,2 μm previamente llevado a peso constante.
- Lavar el residuo con agua tibia y secar el filtro en la estufa de 105 °C a 120 °C hasta peso constante.
- Enfriar a temperatura ambiente y pesar. El incremento en peso del crisol es la materia insoluble.

7.2.5 Cálculos y expresión de los resultados

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

$$\% \text{ material insoluble} = \frac{\text{peso del residuo}}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

7.3 Determinación del trióxido de aluminio libre y/o de la acidez libre como ácido sulfúrico, en el sulfato de aluminio.



7.3.1 Principio

Se lleva a cabo la descomposición de las sales de aluminio por un exceso de fluoruro de potasio neutro para formar dos compuestos estables neutros a la fenolftaleína, donde cualquier cantidad de ácido permanece sin alteración.

7.3.2 Reactivos y materiales

- Fenolftaleína al 0,1 % en alcohol.
- Disolución de fluoruro de potasio. Disolver 1000 g de fluoruro de potasio puro en 1200 ml de agua destilada caliente libre de dióxido de carbono, agregar 0,5 ml de fenolftaleína (inciso anterior) y neutralizar con hidróxido de potasio o ácido sulfúrico, hasta que 1 ml de la disolución en 10 ml de agua destilada (libre de dióxido de carbono) muestre un ligero color rosa. Filtrar cualquier material insoluble y no lavar, diluir a 2000 ml con agua libre de dióxido de carbono. Almacenar en botella de plástico.
- Ácido sulfúrico 0,5 N e hidróxido de sodio 0,5 N. Titular el álcali contra el ácido en aproximadamente 40 ml de agua destilada, agregar 10,0 ml de disolución de fluoruro de potasio (inciso anterior) y utilizar fenolftaleína (inciso a) como indicador.

7.3.3 Procedimiento

- Pesar con exactitud de + 0,0001 g de 2 g a 4 g de la muestra sólida o su equivalente en muestra líquida.
- Disolver en 100 ml de agua destilada.
- Agregar 10,0 ml de ácido sulfúrico aproximadamente 0,5 N.
- Enfriar a temperatura ambiente. Agregar de 18,0 a 20,0 ml de disolución de fluoruro de potasio y 0,5 ml de fenolftaleína.
- Titular con hidróxido de sodio aproximadamente 0,5 N, gota a gota, hasta que un ligero color rosa pálido persista durante un minuto. La titulación permite saber si la muestra es ácida o alcalina.



7.3.4 Cálculos y expresión de los resultados

Calcular el valor de los parámetros con la siguiente fórmula y expresar el resultado en porcentaje.

$$\% \text{ de alúmina libre como } Al_2O_3 = \frac{[mL \text{ de } H_2SO_4 \cdot N/0,5 - mL \text{ de } NaOH \cdot N/0,5] \cdot 0,0085}{\text{masa de la muestra}} \times 100$$

$$\% \text{ de ácido sulfúrico libre } (H_2SO_4) = \frac{[mL \text{ de } NaOH \cdot N/0,5 - mL \text{ de } H_2SO_4 \cdot N/0,5] \cdot 0,0245}{\text{masa de la muestra}} \times 100$$

7.3.4.1 Interpretación de resultados

Existe alúmina alcalina si la retrotitulación con hidróxido de sodio es menor que la cantidad de ácido sulfúrico agregado (o sea, menor de 10,0 ml). Existe ácido libre si la retrotitulación con hidróxido de sodio es mayor que la cantidad de ácido sulfúrico agregado (o sea, mayor a 10,0 ml). La muestra es neutra si la retrotitulación con hidróxido de sodio es igual al volumen agregado de ácido sulfúrico.

7.4 Determinación de hierro total

7.4.1 Principio

El método consiste en la formación de un complejo colorido que se lee espectrofotométricamente a 475 nm y cuya intensidad de color es directamente proporcional a su concentración.

7.4.2 Reactivos y materiales



7.4.2.1 Disoluciones:

- Disolución de tiocianato de potasio (KSCN), al 10 %.
- Ácido sulfúrico, 1:1 por volumen ó 18 N. Mezclar cuidadosamente en un vaso de precipitados de vidrio borosilicato, mientras se agita, volúmenes iguales de ácido sulfúrico y agua. Enfriar a temperatura ambiente.

NOTA 1: Siempre adicionar el ácido al agua.

- Permanganato de potasio (KMnO_4), aproximadamente al 1,0 %. Almacenar en frasco de vidrio ámbar. Se puede almacenar por aproximadamente 6 meses.
- Disolución estándar de hierro, de 1,0 mg de Fe/ml.
- Disolución estándar de hierro, de 0,10 mg/ml de Fe. Preparar por dilución del estándar de 1,0 mg/ml de Fe. Incluir 10,0 ml de H_2SO_4 1:1 por litro de disolución estándar.

7.4.3 Aparatos y/o instrumentos

- Espectrofotómetro

7.4.4 Procedimiento

7.4.4.1 Calibración

- En un matraz volumétrico de 100 ml, usando una pipeta, adicionar 1,0 ml de disolución estándar de hierro de 0,10 mg de Fe/ml, 50,0 ml de agua, 10,0 ml de ácido sulfúrico 1:1 y permanganato de potasio al 1 %, gota a gota, hasta obtener un color rosa persistente.
- Adicionar 10,0 ml de tiocianato de potasio al 10 % y diluir con agua hasta la marca.
- Medir en un espectrofotómetro a 475 nm, dentro de los diez minutos siguientes, contra un blanco analítico.



- Preparar la disolución blanco transfiriendo 10,0 ml de la disolución de tiocianato de potasio al 10 % y 10,0 ml de ácido sulfúrico 1:1 en un matraz volumétrico de 100 ml.
- Diluir a la marca con agua y mezclar.
- Repetir utilizando 2,0, 3,0, 4,0, y 5,0 ml de disolución estándar de hierro de 0,10 mg de Fe/ml en sucesivos matraces.
- Medir cada uno dentro de los diez minutos después de su preparación.
- Si el espectrofotómetro no es de lectura directa, graficar absorbancia contra mg de Fe en papel milimétrico o graficar porcentaje de transmitancia contra mg de Fe en papel semilogarítmico. Es preferible reducir a una ecuación la relación de absorbancia o transmitancia con miligramos.

7.4.4.2 Determinación

- Medir exactamente lo más cercano a 10 g (* 0,01 g) del sulfato de aluminio líquido, ó 5 g (* 0,01 g) del sulfato de aluminio si es sólido, y diluir a 1000 ml.
- En un matraz volumétrico de 100 ml agregar: 10,0 ml de la disolución de la muestra, 50,0 ml de agua, 10,0 ml de ácido sulfúrico 1:1 y gota a gota de permanganato de potasio al 1 % hasta obtener un color rosa persistente.
- Enfriar a temperatura ambiente.
- Agregar 10,0 ml de tiocianato de potasio al 10 % y aforar.
- Medir en un espectrofotómetro a 475 nm dentro de los 10 minutos siguientes contra un blanco analítico. Este procedimiento es apropiado para cuantificar hierro en sulfato de aluminio líquido, en el intervalo de 0,1 a 0,7 % de Fe₂O₃.



- Si el contenido de hierro se sale del intervalo de la curva de calibración, se debe ajustar al tamaño de la alícuota; tomar en cuenta esta nueva cantidad de la alícuota.
- Calcular el contenido del Fe_2O_3 en la muestra.

7.4.5 Cálculos y expresión de los resultados:

Calcular el valor de los parámetros con la siguiente fórmula y expresar el resultado en porcentaje:

$$\% \text{ de hierro expresado como } \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{M \cdot V \cdot C}{W \cdot D} \times 100$$

Donde:

- M son los miligramos de hierro en 10,0 ml de la disolución muestra.
- V es el volumen total de la disolución de la muestra dividida por la alícuota utilizada.
- 100 1000,0 ml / 10,0 ml
- C es el factor de conversión: Fe a $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 1,4297$
- W es la masa de la muestra, en gramos.
- D es el factor de conversión de la masa de la muestra de gramos a miligramos = 1000

7.5 Determinación de Alúmina como material activo en el sulfato de aluminio sólido y/o en disolución por el método EDTA.

El método descrito se emplea para determinar el contenido de alúmina y alúmina total soluble en muestras sólidas y líquidas de sulfato de aluminio, grados estándar y libre de hierro. Esta aplicación está restringida a muestras en las cuales la relación en peso entre ácido sulfúrico libre y alúmina total no sea superior a 0,85. Existe otro método alternativo descrito en el punto 7.6 que arroja resultados muy similares a este método. Por ello pueden ser usados indistintamente.



7.5.1 Principio

Este método se basa en la formación de complejos, a alta temperatura, del aluminio presente en las muestras analizadas, por parte de la sal sódica del ácido etilendiamino tetracético (EDTA) agregada en exceso, en presencia de un amortiguador de acetato de amonio/ácido acético y una posterior medición de la sal sódica del EDTA sobrante con sulfato de zinc, usando en ambas reacciones anaranjado de xilenol como indicador.

7.5.2 Reactivos y materiales

7.5.2.1 Reactivos

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico, a menos que se indique otro grado.

- Agua
- Acetato de amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)
- Ácido clorhídrico (HCl)
- Ácido etilendiamino tetracético, sal de sodio, dihidratada ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
- Anaranjado de xilenol ($\text{C}_{31}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_{13}\text{S}$)
- Azul de hidroxinaftol
- Carbonato de calcio (CaCO_3)
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Sulfato de zinc heptahidratado ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- Ácido acético glacial (CH_3COOH)



7.5.2.2 Disoluciones

- Disolución amortiguadora de acetato de amonio/ácido acético

Disolver 500,0 g de acetato de amonio en 500 ml de agua haciendo uso de un vaso de precipitados de 1 500 ml, agregar 20,0 ml de ácido acético glacial y transferir a un frasco de polietileno.

- Disolución de sal disódica del ácido etilendiamino tetracético dihidratada 0,05 M.

Pesar 18,6 g de sal disódica del ácido etilendiamino tetracético dihidratada en un vaso de precipitados de 250 ml, disolver y vaciar con un embudo a un matraz aforado de 1 000 ml, lavar vaso y embudo con agua y verterla al matraz; completar hasta la marca de aforo.

- Disolución de ácido sulfúrico 1:1

A 25,0 ml de agua agregar cuidadosamente, con agitación constante, 25,0 ml de ácido sulfúrico concentrado. Enfriar y colocar en un frasco con gotero de polietileno o vidrio.

- Disolución de ácido clorhídrico (3 + 10; ó 1 + 3,3).

A 20 ml de agua agregar con cuidado y agitación constante, 6,0 ml de ácido clorhídrico concentrado. Colocar en un frasco de polietileno o vidrio.

- Disolución indicadora de anaranjado de xilenol al 0,1 % peso

Disolver 0,1 g de la sal tetrasódica de anaranjado de xilenol en 100 ml de agua. Colocarla en un frasco gotero. Esta disolución tiene una caducidad aproximada de seis meses.

- Disolución de sulfato de zinc 0,05 M

En un vaso de precipitados de 250 ml pesar 15,0 g de sulfato de zinc heptahidratado, agregar agua y disolver. Con la ayuda de un embudo vaciar el contenido del vaso a un matraz aforado de 1 000 ml, lavar vaso y embudo y verterlo al mismo; completar hasta la marca del aforo con agua. Guardar en un frasco de polietileno.



- Disolución de hidróxido de sodio 40 g/L

En un vaso de precipitados de 250 ml pesar 40,0 g de hidróxido de sodio, agregar agua y disolver. Con la ayuda de un embudo vaciar el contenido del vaso a un matraz aforado de 1 000 ml, lavar vaso y embudo y verterlo al mismo; completar hasta la marca del aforo con agua. Guardar en un frasco de polietileno.

7.5.2.3 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este procedimiento debe ser al menos clase A.

- Buretas de 10, 25 y 50 ml
- Embudo de vidrio para filtración rápida
- Dos frascos de polietileno de 1 000 ml
- Frascos con gotero de polietileno o vidrio, de 60 y 125 ml
- Jeringas desechables para cada muestra líquida por analizar, sin aguja, de al menos 1 ml
- Matraces aforados de 500 y 1 000 ml
- Matraces erlenmeyer de 250 y 500 ml
- Pipeta aforada de 50 ml, calibrada para entregar
- Pipeta graduada de 5 y 10 ml
- Perlas de ebullición, varillas de vidrio y pinzas para vasos de precipitados
- Probetas graduada de 25, 50, 100 y 500 ml
- Vasos de precipitados de 100, 150, 250, 400 y 1 500 ml
- Vidrio de reloj



- 7.5.3** Aparatos y/o instrumentos
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
- 7.5.4** Procedimiento
- 7.5.4.1** Valoración de la disolución de la sal disódica del EDTA.
- Pesar en balanza analítica y en un matraz erlenmeyer de 250 ml aproximadamente 200 mg de carbonato de calcio.
 - Agregar 10,0 ml de agua y agitar para formar una lechada.
 - Adicionar lentamente con una pipeta graduada, 2,0 ml de disolución de ácido clorhídrico (3+10), se recomienda utilizar un vidrio de reloj, para cubrir la punta de la pipeta y la boca del matraz erlenmeyer.
 - Al término lavar con agua la punta de la pipeta y el vidrio de reloj.
 - A continuación adicionar agua hasta completar a 100 ml.
 - Poner en una bureta de 50 ml la disolución de la sal disódica del EDTA, adicionar 30,0 mL de esta disolución al matraz erlenmeyer que contiene la disolución preparada anteriormente.
 - Con una pipeta graduada adicionar 15,0 ml de disolución de hidróxido de sodio 40 g/L, agitar.
 - Adicionar 300 mg de hidroxinaftol, la disolución adquiere una coloración amarilla.
 - Con la bureta que contiene la disolución de la sal disódica del EDTA, con la que agregamos los 30,0 ml anteriormente indicados, continuar la adición hasta obtener un vire en la disolución al color azul, que indica la finalización de la titulación complejométrica.



- Determinar la molaridad de la siguiente manera:

$$M = \frac{W}{100,09 \times V}$$

Donde:

- W son los miligramos de CaCO_3 (carbonato de calcio), utilizados,
- V son los mililitros de disolución de la sal disódica del EDTA, consumidos,
- M es la Molaridad determinada en la valoración de la disolución de la sal disódica del EDTA,

7.5.4.2 Valoración del sulfato de zinc 0,05 M.

- Con una pipeta aforada transferir 25 ml de la disolución de la sal disódica del EDTA a un matraz erlenmeyer de 250 ml.
- Agregar 50 ml de agua, de 24 a 25 ml de disolución amortiguadora de acetato de amonio / ácido acético y de 3 a 4 gotas de la disolución indicadora de anaranjado de xilenol.
- Titular la disolución de EDTA con la disolución de sulfato de zinc colocada previamente en una bureta de 25 ml hasta un vire definido de color ocre a rojo violáceo.
- Calcular el factor F de la siguiente manera:

$$F = \frac{\text{mililitros de disolución de la sal disódica del EDTA utilizados}}{\text{mililitros de disolución de sulfato de zinc utilizados}}$$

7.5.4.3 Preparación de la muestra de sulfato de aluminio y determinación de Alúmina.

- En un matraz erlenmeyer de 500 ml o en un vaso de precipitados de 400 mL agregar 50 ml de agua.



- Pesar con exactitud cerca de 0,7 g de sólido o tomar una jeringa desechable y llenar hasta la marca de un centímetro cúbico con la muestra por analizar.
- Limpiar la punta de la jeringa con un paño o papel suave y pesarla.
- Registrar el peso de la jeringa con muestra como P1.
- Transferir con sumo cuidado el contenido de la jeringa al matraz o vaso de precipitados, según lo que se haya decidido usar, evitar en lo posible la pérdida de muestra.
- Volver a pesar la jeringa y registrar este segundo peso como P2.
- Obtener el peso de la muestra por diferencia de P1 – P2.
- Agregar dos gotas de disolución de ácido sulfúrico 1:1 y mezclar.
- Con pipeta aforada adicionar 50,0 ml de la disolución de sal disódica del EDTA 0,05 M.
- Agregar 25,0 ml de la disolución amortiguadora de acetato de amonio/ácido acético, agitar suavemente para homogeneizar y agregar unas perlas de ebullición.
- Calentar el contenido del recipiente hasta ebullición en una placa de calentamiento y dejar de 2 a 3 minutos con ebullición constante, cuidando que no exista pérdida de muestra por proyección de la misma.
- Transcurrido el tiempo de ebullición retirar del calentamiento el recipiente y enfriar a temperatura ambiente
- Agregar de 3 a 4 gotas de la disolución indicadora de anaranjado de xilenol y titular el exceso de sal disódica del EDTA con la disolución de sulfato de zinc 0,05 M, previamente colocada en una bureta de 25 ml, hasta obtener un vire definido de color ocre a rojo violáceo al término de la reacción complejométrica.



7.5.5 Cálculos

Calcular el valor de los parámetros con la siguiente fórmula y expresar el resultado en por ciento.

$$\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ y } \text{Fe}_{\text{total}} \text{ expresado como Al}_2\text{O}_3 = \frac{[V_1 - V_2 \times F]M \times 5,098}{\text{pm}}$$

Donde:

V_1 son los mililitros de disolución de la sal disódica del EDTA,

V_2 son los mililitros de disolución de sulfato de zinc,

M Molaridad de la disolución de la sal disódica del EDTA,

F Factor F obtenido en 7.5.4.2,

Pm Peso de la muestra titulada en gramos.

y

$$\% \text{ Al}_2\text{O}_3 = (\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ y } \text{Fe}_{\text{total}} \text{ como Al}_2\text{O}_3) - (\% \text{ Fe}_{\text{total}} \text{ como Fe}_2\text{O}_3 \times 0.6385)$$

Donde:

$\% \text{ Fe}_{\text{total}}$: es el valor obtenido mediante la metodología de hierro total soluble en la muestra problema,

El % de aluminio se determina mediante la relación de masas moleculares de la alúmina y el aluminio.

7.5.6 Interferencias

El hierro presente en las muestras problema va a interferir, ya que también se va a titular, por lo que será necesario realizar la corrección pertinente.



7.6 Determinación de Alúmina como material activo en el sulfato de aluminio sólido y/o en disolución por el método del fluoruro de potasio

El método descrito, conocido también como método Snyder, se emplea para determinar el contenido de alúmina y alúmina total soluble en muestras sólidas y líquidas de sulfato de aluminio, grados estándar y libre de hierro. Esta aplicación esta restringida a muestras en las cuales la relación en peso entre ácido sulfúrico libre y alúmina total no sea superior a 0,85. Existe otro método alternativo descrito en el punto 7.5 que arroja resultados muy similares a este método. Por ello pueden ser usados indistintamente.

7.6.1 Principio

Este método se basa en la formación de hidróxido de aluminio e hidróxido de potasio.

7.6.2 Reactivos y materiales

- Hidróxido de sodio 0,1 N (NaOH)
- Ácido sulfúrico 0,1 N (H₂SO₄)
- Solución indicadora de fenolftaleína
- Fluoruro de potasio en solución al 30 % (KF). Disolver 300 g de fluoruro de potasio anhidro en 700 g de agua destilada libre de dióxido de carbono, agregar 0,5 ml de fenolftaleína (inciso anterior) y neutralizar con ácido sulfúrico. hasta que muestre un ligero color rosa. Filtrar cualquier material insoluble y no lavar. Almacenar en botella de plástico.
- Material de vidrio de uso común en laboratorio

7.6.3 Aparatos y/o instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg



7.6.4 Procedimiento

- Pesar con exactitud de 0,0001 g, 4,5 g de sulfato de aluminio líquido ó 2,0 g de sulfato de aluminio sólido en un vaso de precipitados de 100 ml usando para ello una balanza analítica y registrar el peso. Transferir el sulfato líquido pesado a un matraz volumétrico de 250 ml con agua destilada, aforar y agitar vigorosamente. Para el caso del sulfato sólido, agregar 20 ml de agua destilada caliente para facilitar su disolución y proceder como en el caso del sulfato líquido.
- Con una pipeta volumétrica graduada de 10 ml se toma alícuota de la muestra de la solución y se coloca en un matraz erlenmeyer de 250 ml.
- Posteriormente agregar 90 ml de agua caliente para completar los 100 ml y poner a ebullición haciendo la observación que durante el análisis se deberá de mantener un volumen constante de 100 ml. Agregar a la solución 5 gotas de fenolftaleína y neutralizar con solución valorada de hidróxido de sodio aprox. al 0,1 N, hasta que la solución quede ligeramente rosada, la tonalidad debe mantenerse por espacio de 2 min desde que se adicionó la última gota. En caso de que desaparezca la tonalidad seguir adicionando gota a gota el hidróxido de sodio hasta valorar. Registrar el volumen de hidróxido de sodio gastado.
- Manteniendo la solución en ebullición, se le agregan 5 ml de solución de fluoruro de potasio al 30%. En este momento la solución adquiere una coloración roja intensa y se titula con una solución valorada de ácido sulfúrico aproximadamente 0,1 N hasta que la solución quede totalmente incolora. La tonalidad debe desaparecer por espacio de dos minutos desde que se adicionó la última gota. En caso de que aparezca la tonalidad antes, seguir adicionando gota a gota el ácido sulfúrico valorado. Registrar el volumen de ácido sulfúrico gastado.



7.6.5 Cálculos

$$\%SO_4 = \frac{A \times N \times 0,048 \times \frac{250}{10} \times 100}{PM}$$

$$\%Al_2O_3 = \frac{B \times N \times 0,017 \times \frac{250}{10} \times 100}{PM}$$

$$\text{Basicidad} = \frac{\%Al_2O_3}{\%SO_4}$$

Donde:

- A es el volumen del hidróxido de sodio usado en la titulación en ml,
B es el volumen del ácido sulfúrico usado en la titulación en ml,
PM es el peso de la muestra en g,
N normalidad del ácido sulfúrico usado en la titulación.

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 establecido en las normas oficiales mexicanas de seguridad e higiene NOM-004-STPS-1999, NOM-010-STPS-1999, NOM-017-STPS-2001 y la NOM-018-STPS-2000 (véase 2).



9 EVALUACION DE LA CONFORMIDAD

Para 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.
- Ensayos de muestras puntuales obtenidas por el organismo de certificación acreditado de conformidad con lo dispuesto en esta norma; estos ensayos se efectuarán en un laboratorio acreditado en las normas de los métodos de prueba aplicables.
- El muestreo se efectuará de conformidad con lo dispuesto en el capítulo 6 de esta norma.
- Los ensayos se efectuaran con los métodos de prueba que se indican en el capítulo 7 de esta norma.

10 MARCADO

10.1 Producto envasado

Cuando el sulfato de aluminio se entrega en sacos o tambores, debe indicar en forma clara e indeleble los datos siguientes, cumpliendo con lo dispuesto en las normas: NOM-030-SCFI-2006 y NOM-050-SCFI-2004 (Véase 2).

10.2 Producto a granel

Cuando el sulfato de aluminio se entrega en un envase de cualquier naturaleza y cuyo contenido puede ser variable, se debe incorporar en la factura o remisión la siguiente información:

Se debe cumplir con las características de las etiquetas que deben portar todos los envases y embalajes establecidos por la NOM-003-SCT/2008 (Véase 2).



11 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.

12 BIBLIOGRAFÍA

NMX-AA-122-SCFI-2006 Potabilización del agua para uso y consumo humano-sulfato de aluminio-especificaciones y métodos de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 21 de agosto de 2006

NMX-K-039-1971 Sulfato de aluminio Industrial. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 07 de junio de 1971.

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 B403-03 Aluminum sulfate – Liquid, ground, or lump.

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

UNE-EN 878:2004 Productos químicos utilizados en el tratamiento del agua destinada al consumo humano - Sulfato de aluminio.

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.



13 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
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

FRANCISCO RAMOS GÓMEZ