

Reglamento Técnico para Sulfato de Aluminio en el Tratamiento de agua

PODER EJECUTIVO
DECRETOS
N° 30046-S
La Gaceta 10, 15-01-2002

EL PRESIDENTE DE LA REPÚBLICA Y EL MINISTRO DE SALUD

En uso de las facultades que les confieren los artículos 140, incisos 3) y 18) de la Constitución Política; 2°, 4°, 7°, 37, 38, 39, 239, 240, 241, 242, 243, 252, 337, 345; inciso 7); 347, 349, 355, 364, 369 y 381 y concordantes de la Ley N° 5395 del 30 de octubre de 1973, "Ley General de Salud"; 6° de la Ley N° 5412 del 8 de noviembre de 1973, "Ley Orgánica del Ministerio de Salud".

Considerando:

1°—Que la salud de la población es un bien de interés público tutelado por el Estado.

2°—Que toda persona, natural o jurídica queda sujeta a los mandatos de la Ley General de Salud, de sus reglamentos y de las órdenes generales y particulares, ordinarias y de emergencia, que las autoridades de salud dicten en el ejercicio de sus competencias. **Por tanto,**

decretan:

El siguiente,

Reglamento Técnico para Sulfato de Aluminio en el Tratamiento de Agua

Artículo 1°—**OBJETIVO.** Este Reglamento Técnico tiene por objeto definir las características que deben presentar el sulfato de aluminio empleado para tratamiento de agua de consumo humano, así como los métodos de ensayo para determinar estas características.

Artículo 2°—**CONDICIONES GENERALES**

2.1 Definición. El sulfato de aluminio es el producto de la reacción del hidróxido de aluminio, bauxita y arcillas diversas con ácido sulfúrico. Es muy soluble y sus disoluciones son de reacción ácida. Existen cinco formas hidratadas, con 27, 18, 16, 10 y 6 moléculas de agua siendo la más importante la de 18 que cristaliza a temperaturas ordinarias en la forma monoclínica e incolora, y seguidamente la de 16, que se separa de sus disoluciones calientes, como cristales rómbicos.

2.2 Forma de presentación. El sulfato de aluminio puede presentarse en forma de terrones, granular o líquido.

2.3 Color. El sulfato de aluminio granulado debe ser de color blanco y sin terrones. El sulfato de aluminio líquido debe ser tan claro que permite la lectura de cualquier medidor de flujo sin dificultad.

2.4 Empaque.

2.4.1 El material en forma granular debe suministrarse en sacos entretejidos de fibra natural o sintética, en todo caso con bolsa interior de polietileno que aisle el producto del ataque de la humedad ambiental.

2.4.1.1 Cada saco tendrá una capacidad de 25 o 50 kg de sulfato de aluminio.

2.4.1.2 Cada saco debe presentar una identificación con la siguiente información: a) Contenido. b) Peso neto. c) Nombre del fabricante.

2.4.2 El material en solución será suministrado en tanques.

2.5 Transporte

2.5.1 El material a granel o en sacos debe utilizar medios de transporte que lo protejan contra la intemperie (lluvia, viento, etc.)

2.5.2 El material a entregar en solución debe transportarse en camiones tanque. Los tanques no deben producir sustancias que puedan alterar las características físico-químicas y organolépticas de la solución de sulfato de aluminio.

Artículo 3º—REQUISITOS FÍSICOS Y QUÍMICOS

3.1 Requisitos físicos

3.1.1 Sulfato de aluminio en forma granular: Debe tener una granulometría tal que no haya ningún material retenido en la malla de abertura nominal de 4,75 mm (USA-Standard N° 4) y que el 90% pase la malla de abertura nominal de 2 mm (USA-Standard N° 10).

3.1.2 *Sulfato de aluminio líquido*: Debe ser lo suficientemente claro para que permita la lectura de un medidor de flujo sin dificultad.

3.2 Requisitos químicos

3.2.1 El sulfato de aluminio debe presentar las características químicas indicadas en la tabla N° 1:

TABLA N° 1 - COMPOSICIÓN QUÍMICA

Características Sulfato de Aluminio (%)

Sólido Líquido

Contenido máximo de materia insoluble en agua 0,5 0,2

Contenido mínimo de aluminio total soluble

Al₂O₃ 17 7,5

Contenido máximo de Fe₂O₃ 0,75 1

Contenido mínimo de acidez (aluminio libre

como Al₂O₃) 0,05 0,02

3.2.2 IMPUREZAS. El sulfato de aluminio no debe contener impurezas que excedan los límites indicado en la tabla N° 2.

TABLA N° 2 – LÍMITE PARA IMPUREZAS QUÍMICAS

Características Límite(mg/kg)

Arsénico (As) 30

Cadmio (Cd) 7

Cromo (Cr) 30

Plomo (Pb) 30

Mercurio (Hg) 1

Selenio (Se) 7

Plata (Ag) 30

3.3 Certificación de calidad. Para efectos de comercialización deberá presentar un certificado de calidad suministrado por un laboratorio químico acreditado de acuerdo a la legislación vigente en cada país, previamente aprobado por el comprador. La certificación debe incluir el resultado de los análisis, según lo estipulado en esta norma.

Artículo 4º—MUESTREO

4.1 Condiciones. El inspector debe tener libre acceso a todas las dependencias del local de fabricación o almacenamiento del material objeto de este Reglamento.

Nota: El muestreo del material para fines de ensayo puede ser recolectado en fábrica o en el local de entrega con acuerdo previo del comprador y del vendedor.

4.2 Tamaño de la muestra

4.2.1 Material en sacos o fundas

4.2.1.1 *El número de sacos a muestrear se escogerá de acuerdo con el criterio de la tabla N° 3.*

TABLA N° 3 - CANTIDAD DE SACOS A MUESTREAR

Tamaño del lote Cantidad de sacos a muestrear

(N° de sacos) (N° de sacos)

2 a 15 2

16 a 25 3

26 a 90 5

91 a 150 8

151 a 280 13

281 a 500 20

Nota: para lotes mayores a los dados, subdividir en lotes de los tamaños existentes en la tabla N° 3.

4.2.1.2 Los sacos a muestrear deben seleccionarse aleatoriamente del lote.

4.2.1.3 Con ayuda de un muestreador de núcleo (tipo media caña) tomar de cada saco muestreado una cantidad de sulfato de aluminio, de modo que se obtenga una muestra total (suma de todas la muestras individuales) de no menos de 32 kg.

4.2.1.4 La toma de la muestra individual de cada saco debe obtenerse insertando el muestreador de núcleo en la dirección de ambas diagonales del saco.

4.2.1.5 De cada una de estas diagonales, procurar retirar cantidades aproximadamente iguales.

Nota 1: Tomar los cuidados necesarios para no dañar los sacos durante el muestreo.

Nota 2: Devolver los sacos muestreados al lote.

4.2.1.6 La muestra de 32 kg, mencionada en 4.2.1.3, debe ser homogeneizada manualmente con la ayuda de una pala; seguidamente se procede a cuartear en porciones de 8 kg. Una porción de 8 kg, se cuarteo en porciones de 2 kg y una porción de 2 kg se cuarteo finalmente en porciones de 0,5 kg. Estas cuatro porciones de 500 g corresponderán a las muestras para análisis. El material restante debe devolverse al lote original.

4.2.1.7 La finalidad de cada porción será:

- a) Una muestra para el comprador
- b) Una muestra para el vendedor
- c) Una muestra para el laboratorio

4.2.1.8 Los ensayos para fines de aceptación o rechazo del lote, serán realizados con la muestra para el laboratorio "c".

4.2.1.9 Colocar cada porción en un recipiente limpio y adecuado debidamente etiquetado para la manipulación y transporte.

4.2.2 Sulfato de aluminio líquido

4.2.2.1 Si el material es muestreado en bodegas del vendedor, deben tomarse muestras dispersas y aleatorias en el tanque de almacenamiento a varias profundidades, desde la superficie hasta el fondo, de modo que la muestra total sea de unos 10 litros.

Es preferible que el muestreo se efectúe directamente en el carro tanque que entregará la sustancia.

4.2.2.2 Homogenizar manual o mecánicamente la muestra total y luego obtener de la misma un volumen de aproximadamente 4 litros. Este volumen debe ser retirado directamente, cuando la muestra sea recolectada en el camión tanque.

Devolver el volumen sobrante al tanque de almacenamiento.

4.2.2.3 Dividir la muestra total obtenida en 4.2.2.1 ó 4.2.2.2 en cuatro porciones de aproximadamente un litro cada una. Estas porciones servirán para los mismos fines indicados en 4.2.1.7. Las muestras deben colocarse en recipientes de vidrio adecuados para la manipulación y transporte.

4.2.4 Identificación de las muestras para el laboratorio.

La muestra para el laboratorio debe ser identificada con la siguiente información:

- a) Material
- b) Lugar de recolección
- c) Número de lote
- d) Ensayos deseados
- e) Nombre del muestreador y su firma
- f) Fecha de recolección
- g) Nombre del fabricante
- h) Tamaño del lote muestreado
- i) Cantidad de la muestra
- j) Información adicional considerada de interés para el laboratorio

Artículo 5º—MÉTODOS DE ANÁLISIS

5.1 Granulometría

5.1.1 Aparatos

5.1.1.1 Balanza granataria con sensibilidad de 0,1 g.

5.1.1.2 Mallas, de 4,75 mm (USA-Standard N° 4), 2 mm (USA-Standard N° 10).

Pueden utilizarse las mallas recomendadas por la norma ASTM "Standard Specification for Wire Cloth Sieves for Testing Purposes".

5.1.1.3 Equipo apropiado para agitación manual o mecánica.

5.1.2 Muestra para el análisis

5.1.2.1 De la muestra de 500 g para laboratorio (c), definida en 4.2.1.7, tomar 100 g para el análisis granulométrico.

5.1.2.2 Antes de ser retirados los 100 g necesarios para el ensayo, la muestra respectiva debe ser homogenizada con cuidado para evitar la quiebra de los granos.

5.1.3 Ejecución del ensayo

5.1.3.1 Montar el equipo con las tres mallas, colocando los tamices de abertura nominal mayor a menor incluyendo la tapa y bandeja de fondo.

5.1.3.2 Accionar el equipo de agitación durante 5 minutos con agitación moderada para evitar la quiebra de granos.

5.1.4 Cálculo

5.1.4.1 Calcular los porcentajes retenidos en cada malla, con las respectivas cantidades en gramos y con una aproximación de dos decimales.

5.2 Porcentaje de materia insoluble

• 5.2.1 Aparatos

5.2.1.1 Balanza analítica con sensibilidad de 1 mg.

5.2.1.2 Estufa dotada de termostato y capaz de mantener temperaturas de $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.2.1.3 Crisol Gooch.

5.2.1.4 Papel de filtro grado cuantitativo sin cenizas, que retenga partículas mayores a 20 -25 micrones, (similar al Whatman N° 41)

5.2.1.5 Mechero Bunsen, soporte y tela de asbesto.

5.2.1.6 Agua destilada.

5.2.1.7 Cristalería y utensilios usuales de laboratorio.

5.2.2 Muestra para el ensayo

5.2.2.1 Homogenizar la muestra para laboratorio "c" definida en 4.2.1.7.

5.2.2.2 De la muestra homogenizada tomar cinco 5 g si se trata de material sólido. En el caso de soluciones tomar 40 g.

5.2.3 Procedimiento de análisis.

5.2.3.1 Disolver los gramos de material para análisis en 150 ml de agua destilada caliente y digerir en baño de vapor durante 5 minutos.

5.2.3.2 Filtrar en caliente con papel de filtro en el crisol Gooch que ha sido previamente secado entre 100°C – 105°C y pesado.

5.2.3.3 Lavar con agua destilada caliente por lo menos diez veces, hasta que el residuo esté libre de sulfatos (esto se evidencia cuando no se forma un precipitado blanco después de adicionar una solución al 5% de cloruro de bario).

5.2.3.4 Secar entre 100 y 110°C por dos horas y pesar hasta obtener peso constante.

5.2.4 Cálculo.

5.2.4.1 El porcentaje de materia insoluble se calcula con la siguiente fórmula:

peso de materia insoluble % de materia insoluble = $\frac{X}{100}$ peso de la muestra

5.3 Determinación de la Alumina Total Soluble y Aluminio. Los sulfatos que no sean de hierro o aluminio pueden causar una interferencia positiva en este método de análisis; si se encuentran presentes estos sulfatos, se necesita efectuar una doble precipitación para obtener resultados más precisos.

El precipitado lavado en el filtro debe ser disuelto en ácido clorhídrico tibio y la solución diluida a 200 ml. Disuelva 5 g de cloruro de amonio en la solución y repita la precipitación exactamente de la misma forma que se describe en la sección 5.2.3.3.

No es necesario usar ácido nítrico en la segunda precipitación.

5.3.1 Reactivos

5.3.1.1 Acido clorhídrico concentrado.

5.3.1.2 Acido nítrico concentrado.

5.3.1.3 Hidróxido de amonio diluido 1:1 con agua destilada.

5.3.1.4 Indicador rojo de metilo: - Disuelva 1 g del indicador en 50 ml de alcohol de 95%.

5.3.1.5 Solución lavadora: - Disuelva 20 g de cloruro de amonio en 1 litro de agua destilada.

5.3.2 Procedimiento:

- Trasvase el filtrado de la materia insoluble (sección 5.2.3.3) a un frasco volumétrico de 1 litro, enfríe a temperatura ambiente, diluya a la marca de aforo con agua destilada y agite vigorosamente.

- Tarar las cápsulas necesarias para las muestras.

- Mida alícuotas de 50 ml por duplicado del filtrado, las cuales equivalen a 1 g de sulfato de aluminio seco o 2 g. de sulfato de aluminio líquido.

- Colóquelas en beaker de 400 ml y diluya a 200 ml con agua destilada.

- Agregue 5 g de cloruro de amonio y agite hasta disolver.

- Agregue 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y 4 gotas de ácido nítrico concentrado, hierva por algunos minutos o hasta que el volumen llegue a unos 150 ml para oxidar todo el hierro.

- Mantenga la solución de lavado caliente y las muestras también.

- Prepare los embudos con papel filtro poroso cuantitativo (Whatman N° 41 o equivalente).

- Agregue 3 gotas de indicador rojo de metilo.
- Agregue gota a gota la dilución de hidróxido de amonio hasta que aparezca la formación de un precipitado, continúe la adición gota a gota hasta la aparición de un color amarillo.
- Hierva las muestras por un minuto o hasta que el color empiece a tornarse rosado pálido (hervir largamente las muestras o no filtrar inmediatamente causa que el precipitado se vuelva gelatinoso y prolongue la filtración).
- Filtre inmediatamente manteniendo el papel de filtro lleno para una rápida filtración. Usando la solución de lavado transvase todo el precipitado de los beakers al papel.
- Lave el precipitado unas 10 veces o hasta que esté libre de sulfatos.
- El papel de filtro con el contenido se coloca en un crisol de platino tarado. Se coloca el crisol sobre un mechero empezando con una llama débil y aumentando gradualmente hasta llegar al máximo. Si se prefiere el papel de filtro puede doblarse cuidadosamente sobre el precipitado húmedo. Luego se coloca invertido sobre el crisol, se seca en horno a 100 °C, antes de iniciar la ignición. Después de quemar todo el carbono se coloca en una mufla a 1 200 °C por 1 hora. Luego dejar enfriar en un desecador.
- Se pesa el crisol con la muestra lo más rápidamente posible y luego sin tapar se somete a ignición nuevamente a 1 200 C por 5 minutos. Después de tapado el crisol se deja enfriar en un desecador, se pesa rápidamente para evitar el contacto de la muestra con el aire. Todo este procedimiento se repite nuevamente hasta obtener peso constante. El peso del residuo representa el peso de los óxidos de aluminio y hierro.

5.3.3 Cálculos:

5.3.3.1 El porcentaje de Al₂O₃ y Total Fe₂O₃ se determina con la siguiente fórmula:

Porcentaje de Al₂O₃ y Total Fe₂O₃ = peso residuo x 100

peso muestra

% Al₂O₃ = (%Al₂O₃ + Total Fe₂O₃) - % Total Fe₂O₃

Nota: % Total. Fe₂O₃ se determina en la sección 5.4

5.3.3.1 Cálculo alternativo:

% aluminio como Al = % Al₂O₃ x 0,5291

Nota: 0,5291 es la relación entre Al/ Al₂O₃

5.4 Determinación de Hierro Total Soluble (Fe₂O₃) y Hierro Ferroso (FeO)

5.4.1 Aparatos y reactivos

5.4.1.1 Balanza analítica con sensibilidad de 1 mg.

5.4.1.2 Espectofotómetro

5.4.1.3 Tiocianato de potasio (KCNS) al 10% por peso.

5.4.1.4 Acido sulfúrico 1:1 por volumen o 18 N.

(Cuidadosamente mezcle cantidades iguales de ácido sulfúrico y agua en un beaker de pyrex, agregando el ácido al agua, deje enfriar a temperatura ambiente).

5.4.1.5 Permanganato de potasio (KMnO₄) 1%. Guarde en botella color ámbar, la solución tiene una vida útil de 6 meses.

5.4.1.6 Solución madre de hierro 1,0 mg Fe/ ml.

5.4.1.7 Solución patrón de hierro, 0,10 mg Fe/ ml.

Se prepara por dilución de la solución madre de 1,0 mg Fe/ml. Incluir 10 ml de ácido sulfúrico 1:1 por cada litro de solución patrón preparada.

5.4.2 Calibración

- En un balón aforado de 100 ml coloque 1 ml de solución patrón de hierro (0,1 mg Fe/ml), usando una pipeta. Agregue 50 ml de agua destilada, 10 ml de ácido sulfúrico 1:1 y permanganato de potasio gota a gota, hasta obtener un color rosado persistente. Finalmente se agregan 10 ml de tiocianato de potasio al 10% y diluya a la marca de aforo.

- Lea en el espectofotómetro a 475 nm dentro de los 10 minutos siguientes contrastando contra un blanco.

- El blanco se prepara agregando 10 ml de la solución de Tiocianato de potasio (KCNS), 10 ml de ácido sulfúrico 1:1 en un balón aforado de 100 ml y diluya a la marca de aforo con agua destilada, mezcle.

- Repita el procedimiento usando 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml y 5,0 ml de la solución patrón de hierro (de 0,10 mg Fe/ml). Las lecturas deben efectuarse dentro de los 10 minutos siguientes a la preparación de las soluciones.

- Si el espectofotómetro no permite la lectura directa, grafique la absorbancia versus los miligramos de hierro en un papel milimétrico o graficar el porcentaje de transmitancia versus los miligramos de hierro en un papel semilogarítmico. Es preferible encontrar la relación utilizando una ecuación.

5.4.3 Determinación de hierro total:

- Pese 10 g de sulfato de aluminio líquido o 5 g de sulfato de aluminio seco con una precisión del 0,01 g, colóquelo en un frasco volumétrico de 1 litro y lleve a la marca de aforo con agua destilada.
- Tome una alícuota de 10 ml de esta solución colóquela en un frasco volumétrico de 100 ml, agregue 50 ml de agua, 10 ml de ácido sulfúrico 1:1 y permanganato de potasio al 1% gota a gota hasta obtener un color rosado persistente.
- Se deja enfriar a temperatura ambiente y se agregan 10 ml de tiocianato de potasio al 10% y diluya a la marca de aforo.
- Efectué la lectura en un espectrofotómetro a 475 nm utilizando un blanco y efectuando la lectura dentro de los 10 minutos siguientes a la preparación de la muestra.
- Este procedimiento es el utilizado para determinar el contenido de hierro en el sulfato de aluminio líquido con un ámbito de Fe_2O_3 entre 0,1 y 0,7%. Si el contenido de hierro está fuera de este ámbito, ajuste la alícuota tomada del frasco volumétrico de 1 litro; el cambio deberá tomarse en cuenta al hacer el cálculo de porcentaje Fe_2O_3 cambiando la "B" en la ecuación.

5.4.4 Determinación de hierro férrico. Utilice el procedimiento indicado para el análisis de hierro total, excepto que no se usa permanganato de potasio.

5.4.5 Cálculos:

(M) (B) (C)

Porcentaje de hierro total como Fe_2O_3 . = $\frac{x}{100}$

(W) (D)

donde:

M = miligramos de hierro en 10 ml de solución de la muestra.

B = Volumen total de la solución de la muestra, dividido entre la alícuota usada (1 000 / 10 ml) = 100.

C = Factor de conversión: Fe a Fe_2O_3 = 1,4297

W = Peso de la muestra, en gramos

D = Factor de conversión: peso de la muestra en gramos a miligramos = 1000.

Usando los valores anteriores tenemos:

(M) (100) (1,4297) (M) (14,297)

%Fe como Fe_2O_3 = $\frac{x}{100}$ = _____

(W) (1 000) (W)

5.4.6 Determinación de hierro ferroso:

Reste el de hierro férrico expresado como Fe_2O_3 del hierro total expresado como Fe_2O_3 . Esta diferencia representa el hierro ferroso como Fe_2O_3 . Multiplique esta cantidad por 0,90 para obtener el hierro ferroso en términos de óxido de hierro (FeO).

5.5 Acidez (alúmina libre)

5.5.1 Aparatos y reactivos

5.5.1.1 Balanza analítica con sensibilidad de 1 mg.

5.5.1.2 Horno dotado de termostato y capaz de alcanzar una temperatura de $130\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$.

5.5.1.3 Mechero de Bunsen, soporte, tela de asbesto.

5.5.1.4 Agua destilada.

5.5.1.5 Erlenmeyer de 500 ml, balón de 1000 ml.

5.5.1.6 Cristalería y utensilios comunes de laboratorio.

5.5.1.7 Solución de hidróxido de sodio 0,5N preparada de la siguiente forma:

Colocar 20 g de hidróxido de sodio en un balón aforado de 1 000 ml, disolver con agua destilada y aforar la marca.

Estandarizar la solución de la siguiente forma:

- Secar el ftalato de potasio a $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ durante 90 minutos, enfriar a temperatura ambiente en un desecador. Pesar exactamente dos gramos del material enfriado y colocarlo en un erlenmeyer de 100 ml. Agregar 50 ml de agua destilada libre de CO_2 y 4 a 5 gotas de fenoltaleína. Titular con la solución a ser estandarizada.

La normalidad de la solución está dada por la fórmula:

g de ftalato

N =

ml de Na (OH) usados x 0,2042

5.5.1.8 Solución de ácido sulfúrico 0,5N preparada de la siguiente forma:

- colocar 14.1 ml de ácido sulfúrico concentrado en 1 000 ml de agua. Agitar continuamente durante 10 minutos. Enfriar a temperatura ambiente.

5.5.1.9 Solución de fenoltaleína, preparada de la siguiente forma:

- disolver 5 g de fenolftaleína en 1 000 ml de alcohol isopropílico.

5.5.1.10 Solución de fluoruro de potasio:

- Disolver 500 g de fluoruro de potasio en 600 ml de agua destilada caliente libre de CO₂. Adicionar 0,25 ml de solución de fenolftaleína. Neutralizar esta solución con hidróxido de potasio 0,2 N o solución de ácido sulfúrico 0,2 N, según sea el caso, hasta que 1 ml de solución en 10 ml de agua destilada libre de CO₂ muestre una débil coloración rosa. Filtrar y diluir a 1000 ml con agua destilada libre de CO₂. Conservar la solución en un frasco de polietileno.

5.5.2 Muestra para análisis.

5.5.2.1 Homogenizar la muestra para laboratorio "c", seleccionada de acuerdo a lo indicado en 4.2.1.7.

5.5.2.2 De la muestra homogenizada, pesar 3g en caso de material sólido. En caso de soluciones pesar 6 g.

5.5.3 Procedimiento de análisis

5.5.3.1 Colocar la muestra pesada de material para el análisis en un erlenmeyer de 500 ml, conteniendo 100 ml de agua destilada.

Agregar 10 ml de H₂SO₄ 0,5N y hervir por un minuto. Enfriar a temperatura ambiente y agregar 20 ml de fluoruro de potasio y 1 ml de indicador de fenolftaleína.

5.5.3.2 Titular con la solución patrón de hidróxido de sodio 0,5N hasta la aparición de un color rosa permanente. Anotar el volumen (A) de hidróxido gastado.

5.5.3.3 Preparar un blanco de la siguiente forma Adicionar 100 ml de agua y 5 ml de solución de H₂SO₄ 0,5N en un erlenmeyer de 500 ml. Hervir por un minuto. Enfriar a temperatura ambiente y agregar 20 ml de solución de fluoruro de potasio y 1 ml de fenolftaleína. Titular con solución patrón de hidróxido de sodio 0,5N hasta la aparición de un color rosa permanente. Anotar el volumen (B) de hidróxido gastado.

5.5.4 Cálculos

5.5.4.1 Si $B > A$, el porcentaje de alúmina libre, se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$(B-A) \times N \times 1,699$

% Al₂O₃ libre =

g de muestra

5.5.4.2 Si $A > B$ la muestra contiene ácido sulfúrico libre. En este caso, no contiene alúmina libre.

El porcentaje de ácido sulfúrico libre es dado por la siguiente fórmula:

$(A-B) \times N \times 4,904$

% H₂SO₄ libre =

g de muestra

5.6 Determinación de Arsénico, Cadmio, Cromo, Plomo, Mercurio, Selenio y Plata.

5.6.1 Reactivos:

5.6.1.1 Hidróxido de sodio 1,0 N

5.6.1.2 Acido nítrico concentrado

5.6.2 Procedimiento:

- En la preparación de las muestras use cristalería que ha sido previamente enjuagada con ácido. Todas las diluciones deben efectuarse con agua desionizada y desmineralizada.

- Pese 1,5 g de sulfato de aluminio (en base seca), coloque en un frasco volumétrico de 1 litro, disuelva y lleve a la marca de aforo con agua destilada.

- Transfiera la solución a un beaker de 1,5 L, agregue NaOH 1,0 N gota a gota, con agitación permanente hasta ajustar el pH a 6.

- Mezcle bien, deje separar por 1 hora, filtre con vacío a través de un papel de filtro GFC o su equivalente.

- Transfiera cuantitativamente el filtrado a un beaker, ajuste el pH a 2 o menos con ácido nítrico concentrado, evapore en una plantilla, evitando que ebulle hasta reducir el volumen a menos de 1 litro.

- Enfríe, transfiera cuantitativamente a un frasco volumétrico de 1 litro, lleve a la marca de aforo.

- Paralelamente se prepara un blanco.

- Los procedimientos de análisis seguidos para las determinaciones de sustancias tóxicas son los descritos en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, sección 304: Arsénico, cadmio, cromo, plomo, selenio y plata, sección 303 F: mercurio.

5.7 Método alternativo para determinar la Alúmina Total

5.7.1 Aplicación: Este método se utiliza en sulfato de aluminio regular o libre de hierro (líquido o sólido). Se deben hacer las provisiones para la aplicación en sulfatos de aluminio líquidos

acidificados o altamente básicos. La aplicación se restringe a alumbres en los cuales la relación en porcentaje de H_2SO_4 libre al porcentaje de Al_2O_3 total no exceda 0,85.

5.7.2 Principios El aluminio en la muestra es acomplejado con un exceso de solución standard EDTA por ebullición en la presencia de un buffer de acetato de amonio. Se usa anaranjado de xilenol como indicador.

5.7.3 Interferencias El hierro si está presente es también titulado; por lo cual debe hacerse una corrección para esto.

5.7.4 Aparatos y cristalería

5.7.4.1 Balanza analítica con sensibilidad de 1 mg.

5.7.4.2 Estufa dotada de termostato y capaz de mantener temperaturas de $300\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$.

5.7.4.3 Mechero de Bunsen, tela de asbesto.

5.7.4.4 Erlenmeyer de 250 ml, bureta de titulación graduada.

5.7.4.5 Cristalería y utensilios usuales de laboratorio.

5.7.5 Reactivos

5.7.5.1 Solución patrón de EDTA 0,05 M, preparada de la siguiente forma.

- Disolver 18,61 g de EDTA (sal sódica) en agua. Diluir esta solución en un litro, agitar y estandarizar contra una solución patrón de carbonato de calcio de la siguiente manera:

- Secar aproximadamente 0,4 g de carbonato de calcio a $285\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ por dos horas.

- Enfriar a temperatura ambiente por dos horas (en un desecador).

- Pesar de 0,20 a 0,22 g de este carbonato y colocar en un erlenmeyer de 400 ml y adicionar 10 ml de agua destilada y mezclar. Cubrir el beaker con vidrio de reloj y pipetear 2 ml de ácido clorhídrico 1:3. Evitar la pérdida de solución por la efervescencia. Lavar el erlenmeyer y el vidrio de reloj, con agua destilada y completar el volumen aproximadamente a 100 ml.

- Agitar la muestra y adicionar desde una bureta, 34 a 35 ml de solución de EDTA. Agregar 14 a 15 ml de hidróxido de sodio 1N y 0,3 g de azul de hidróxi-naftol. Titular con solución de EDTA hasta el punto final caracterizado por un azul nítido.

La molaridad (M) de la solución de EDTA está dada por la fórmula:

$$\text{g CaCO}_3 \times 100$$

$$M =$$

$$\text{ml EDTA} \times 100,09$$

5.7.5.2 Solución buffer de acetato de amonio, preparado de la siguiente forma:

- Disolver 500 g de acetato de amonio en 500 ml de agua destilada en un beaker de 1,5 L. Adicionar 20 ml de ácido acético glacial.

5.7.5.3 Solución patrón de sulfato de cinc 0,05 M, preparada de la siguiente manera:

- Disolver 15 g de sulfato de cinc hepta-hidratado en agua destilada, diluir a 1 litro.

- Transferir 25 ml de solución patrón de EDTA 0,05 M a un erlenmeyer de 250 ml; adicionar 50 ml de agua destilada y 25 ml del buffer de acetato de amonio.

- Agregar 3 a 4 gotas de naranja de xilenol.

- Titular al punto final, con la solución de sulfato de cinc agregada desde una bureta de 25 ml hasta el cambio de color, desde un amarillento a un rojo violeta.

- Calcule el factor F como sigue:

$$\text{ml EDTA}$$

$$F =$$

$$\text{ml ZnSO}_4$$

5.7.5.4 Indicador de naranja de xilenol 0,1%, preparado de la siguiente forma:

Disolver 0,1 g de la sal tetrasódica del naranja de xilenol en 100 ml de agua destilada, almacene en botella de gotero (la vida media de la solución es de 6 meses).

5.7.6 Muestra para el análisis

5.7.6.1 Homogenizar la muestra para laboratorio "c" definida en 4.2.1.7.

5.7.6.2 De la muestra homogenizada, pesar 0,1 g en caso de material sólido. En caso de sulfato de aluminio líquido, obtener 0,3 g.

5.7.7 Procedimiento de análisis

5.7.7.1 Colocar la muestra de material para el análisis en un erlenmeyer de 250 ml.

5.7.7.2 Agregar 10 ml de EDTA 0,05 M lavando las paredes del erlenmeyer con los primeros ml. Agregar algunas gotas de ácido sulfúrico 1:1 y calentar brevemente hasta que comience a hervir.

5.7.7.3 Retirar y enfriar a temperatura ambiente. Luego, mientras se agita agregar 20 ml de solución tampón alcohólica.

5.7.7.4 Dejar enfriar, adicionar 0,2 g de indicador ditizona y disolver por agitación. Titular cuidadosamente el exceso de EDTA, con la solución patrón de sulfato de zinc 0,05M hasta el viraje de azul a rojo.

5.7.8 Cálculos

5.7.8.1 El porcentaje de alúmina total se determina por la siguiente fórmula:

$\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ total} = \% \text{ Al}_2\text{O}_3 + \text{compuestos de Fe} - (\% \text{ FeO} \times 0,71) + (\% \text{ Fe}_2\text{O}_3 \times 0,638)$

$\% \text{ Alumbre como Al} = \% \text{ Al}_2\text{O}_3 \times 0,5291$

(ml EDTA)-(ml ZnSO₄ x F) x M x 5,089

$\% \text{ Al}_2\text{O}_3 + \text{compuestos de Fe} =$

g de muestra

Nota: Las determinaciones de FeO y de Fe₂O₃ son descritas en 5.4.

Artículo 6º—INFORME

6.1 Elaborar un informe final de los análisis efectuados el cual debe contener:

- a) nombre del laboratorio
- b) material analizado
- c) fecha de recibo de la muestra y fecha de reporte
- d) resultado de los análisis
- e) observaciones que se juzguen necesarias
- f) nombre, firma y sello del profesional químico responsable de los análisis.

Artículo 7º—ACEPTACIÓN O RECHAZO

7.1 El lote de sulfato de aluminio será aceptado si cumple con todos los requisitos previstos en este Reglamento. En caso contrario será rechazado.

7.2 La aceptación definitiva del lote será efectuada después de que se conozcan todos los resultados de los análisis de laboratorio.

Artículo 8º—DISPOSICIONES FINALES. En caso de comprobarse que el empleo de los materiales objeto de esta norma, causan riesgos a la salud, no se permitirá su uso.

Artículo 9º—VIGENCIA. Rige a partir de su publicación.

Dado en la Presidencia de la República.—San José, a los veintiséis días del mes de noviembre del dos mil uno.