

**NORMA VENEZOLANA
PRODUCTOS QUÍMICOS INDUSTRIALES.
SULFATO DE ALUMINIO. REQUISITOS**

**COVENIN
1350:2022
(1ra. Revisión)**

1. OBJETO

Esta norma establece los requisitos fisicoquímicos, métodos de muestreo y ensayo, que debe cumplir el sulfato de aluminio.

2. ALCANCE

Esta norma se aplica a los compradores, fabricantes y proveedores de sulfato de aluminio (alumbre) para uso en tratamientos de aguas y otros usos industriales.

3. REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones generales utilizadas para la elaboración de la norma o que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta norma; las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

Decreto N° 883. En: Gaceta Normas para la clasificación y el control de la calidad de los cuerpos Oficial de la República de de agua y vertidos o efluentes líquido. Venezuela N° 5.021 Extraordinaria del 18 de diciembre de 1995.	
ASTM E100:2014	Standard Specification for ASTM Hydrometers.
ASTM E200:2001	Standard practice for preparation, standardization, and storage of standard and reagent solutions for chemical analysis.
AWWA B403:2009	Aluminum Sulfate - Liquid, Ground, or Lump.
COVENIN 244:1998	Fertilizantes. Muestreo. (2da. Revisión).
COVENIN 254:1998	Cedazos de ensayo. (2da. Revisión).
COVENIN 2670:2001	Materiales peligrosos. Guía de respuestas a emergencias. (3ra. Revisión).
FONDONORMA 1350:2006	Productos químicos para uso industrial. Sulfato de aluminio utilizado en el tratamiento de potabilización de aguas. Requisitos y métodos de ensayo.
FONDONORMA 3059-4:2019	Hoja de datos de seguridad para productos químicos. Parte 1: Orden y contenido de las secciones. (2da. Revisión).

4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

A los fines de este documento, se aplican los siguientes términos y definiciones:

4.1. Porcentaje pasa

Es el porcentaje en masa de todas las partículas de menor tamaño que pasan por la abertura de un determinado tamiz o cedazo.

4.2. Óxido de aluminio

Es un polvo blanco de elevada dureza y resistencia media. El óxido de aluminio (Al_2O_3) también conocido como alúmina.

4.3. Sulfato de aluminio

Es el producto obtenido por la reacción entre el ácido sulfúrico y un mineral rico en aluminio y su formulación química está representada por $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + n\text{H}_2\text{O}$.

4.4. Sulfato de aluminio líquido

Es una solución prácticamente saturada de sulfato de aluminio.

4.5. Sulfato de aluminio sólido

Es el producto en forma seca y se presenta como terrones, polvo o granular.

4.6. Sulfato de aluminio sólido grado A

Es el sulfato de aluminio con un contenido de hierro inferior 0,75 %.

4.7. Sulfato de aluminio sólido grado B

Es el sulfato de aluminio con un contenido de hierro entre 0,75 % a 1,8 %.

5. REQUISITOS

5.1. Requisitos físicos

5.1.1. Sulfato de aluminio sólido

El sulfato de aluminio en estado sólido deberá estar seco, limpio y se presentará en forma de terrón o en grano; el sulfato de aluminio en forma de grano tendrá un tamaño de partícula que cumpla con lo especificado en la tabla 1 y el sulfato de aluminio en polvo tendrá un tamaño de partícula que cumpla con lo especificado en la tabla 2.

TABLA 1. Granulometría para los sulfatos de aluminio sólidos grado A y grado B (granos)

Tamiz N°. (Ver COVENIN 254)	% Pasa acumulado
Malla 4 (4,75 mm)	100
Malla 10 (2,00 mm)	≤ 65
Malla 60 (0,25 mm)	≤ 15

[FUENTE: Elaboración propia del Comité Técnico de Normalización CT13 Química a partir de las Normas AWWA B403, pág. 13 y COVENIN 254, pág. 6].

TABLA 2. Granulometría para los sulfatos de aluminio sólidos grado A y grado B (en polvo)

Tamiz No. (Ver COVENIN 254)	% Pasa acumulado
Malla 60 (0,250 mm)	≤ 95
Malla 100 (0,149 mm)	≤ 55

[FUENTE: Elaboración propia del Comité Técnico de Normalización CT13 Química a partir de COVENIN 254, pág., 6.

5.1.2. Sulfato de aluminio líquido

Debe tener una claridad que permita efectuar lecturas de medidas de flujo sin dificultad.

5.2. Requisitos químicos

Los requisitos químicos del sulfato de aluminio están contenidos en la tabla 3.

TABLA 3. Requisitos químicos del sulfato de aluminio

Requisitos	Sulfato de aluminio Grado A		Sulfato de aluminio Grado B	
	Sólido	Líquido	Sólido	Líquido
% Al ₂ O ₃ , mínimo	17,00	8,00	15,20	7,00
% Hierro como Fe ₂ O ₃ , máximo	0,75	0,35	1,80	1,60
% Materia insoluble, máximo	0,50	0,20	2,50	0,20
Basicidad o Acidez	Sujeta a acuerdos entre comprador y vendedor en escala básica (0 % - 1 %).			

[FUENTE: Elaboración propia del Comité Técnico de Normalización CT13 Química a partir de la Norma AWWA B403, pág. 14].

5.3. Impurezas

5.3.1. Impurezas generales

5.3.1.1. El sulfato de aluminio no debe contener materiales solubles ni compuestos orgánicos en cantidades capaces de producir efectos nocivos para la salud de aquellos que van a consumir el agua tratada con estos productos.

NOTA. La producción de sulfato de aluminio está orientada principalmente a la potabilización de agua, por lo tanto sus especificaciones para otros usos son similares.

5.3.1.2. Esta norma aplica al sulfato de aluminio producido a partir de materia prima, tal que el producto final cumpla con los requisitos establecidos en 5.3.2.

5.3.2. Límites específicos de impurezas

Se requiere que el sulfato de aluminio no aporte más del 10 % del valor máximo permitido según Decreto N° 883, para las siguientes impurezas: arsénico, bario, cadmio, cromo, plomo, mercurio, selenio, antimonio, berilio, talio y cobre.

6. MUESTREO

6.1. Punto de muestreo

Las muestras deben ser tomadas en el punto de destino (consumidor).

6.2. Sulfato de aluminio sólido empacado

6.2.1. El número de empaques (sacos o recipientes) a seleccionar de un lote para su muestreo dependerá del tamaño del lote y se realizará de acuerdo a la tabla 4.

TABLA 4. Número de empaques a seleccionar por tamaño de lote

Tamaño del lote (N)	Número de empaques a seleccionar (n)
2 a 8	2
9 a 27	3
28 a 64	4
65 a 100	5
101 a 300	6
301 a 500	7
501 a 800	8
801 a 1300	9
1301 a 2000	10
2001 a 3000	11
3001 a 4000	12
4001 a 5000	13
5001 a 6000	14
6001 a 7000	15
7001 a 8000	16
8001 a 9000	17
9001 a 10000	18
10000 a 11000	19
11001 a 12000	20

[FUENTE: Tomada de COVENIN 244, pág. 8].

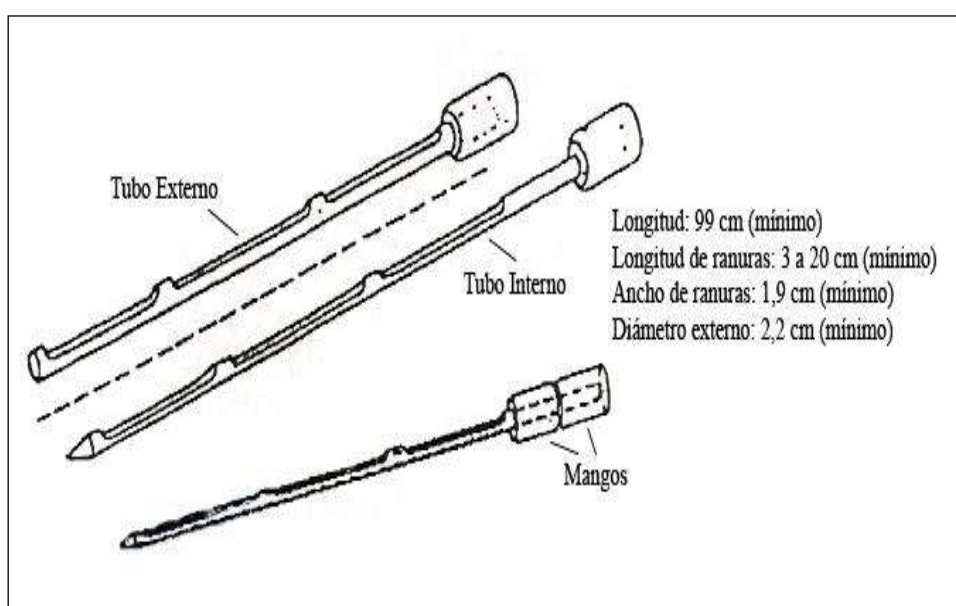
6.2.2. Se requiere que las muestras sean tomadas de empaques que no estén rotos. Los empaques se deben seleccionar al azar y espacialmente distribuidos en el lote.

6.2.3. Se requiere homogeneizar el contenido del empaque por método apropiado (se debe agitar el empaque).

6.2.4. Se extrae con un sacamuestras apropiado pequeñas porciones del material de diferentes lugares del empaque seleccionado, la cantidad total tomada de cada recipiente debe ser suficiente para realizar los ensayos de los requisitos establecidos.

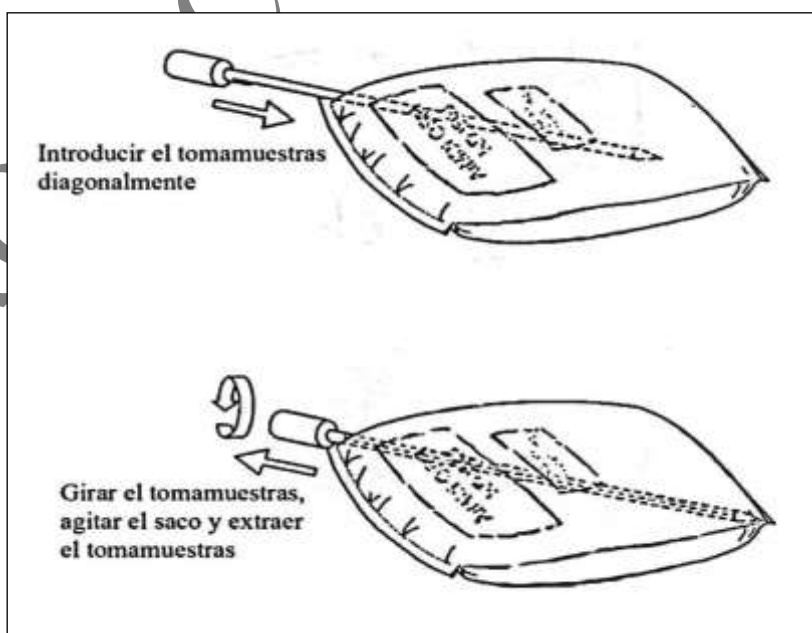
6.2.5. En la figura 1 se presenta un sacamuestras de doble tubo. En la figura 2 se señala la forma de extraer muestras de sacos.

FIGURA 1. Tomamuestra de doble tubo



[FUENTE: Tomada de COVENIN 244:1998, pág. 7].

FIGURA 2. Técnica de muestreo en sacos



[FUENTE: Tomada de COVENIN 244, pág. 11].

6.2.6. Se mezclan completamente todas las porciones del material extraídos de los empaques. Si la muestra total extraída es mayor a 12 kg, su tamaño debe ser reducido por el método de cuarteo como se explica a continuación.

6.2.6.1. La cantidad de muestra se mezcla bien, se extiende en forma de torta sobre la cual se trazan dos líneas perpendiculares con una regla o varilla, para dividirla en cuatro partes iguales.

6.2.6.2. Se eliminan dos porciones diagonalmente opuestas y las otras dos porciones se mezclan de nuevo. Esta operación se repite sucesivamente hasta obtener el tamaño de muestra de 3 kg aproximadamente.

6.2.7. Se divide la muestra en tres (3) porciones iguales formando tres (3) grupos de muestras para ensayos y deben:

6.2.7.1. Las muestras deben guardarse en recipientes no metálicos que garanticen la hermeticidad y la protección contra la humedad.

6.2.7.2. Una muestra se destina al laboratorio.

6.2.7.3. Las muestras restantes se guardan como testigos en caso de haber alguna no conformidad.

6.2.8. Cada muestra requiere ser rotulada para identificarla y deberá aparecer en el rótulo la firma de quien efectuó el muestreo; las muestras se acompañan de un formulario de control y es necesario ser adecuadamente diligenciado por quien tome las muestras. La etiqueta requiere contener la siguiente información:

- a) Origen.
- b) Fabricante.
- c) Número de lote.
- d) Tamaño del lote (expresado como el número de recipientes o sacos que compone el lote y el volumen o masa promedio del material que contiene cada uno).
- e) Fecha de fabricación.
- f) Uso que se destina.
- g) Número de muestra.
- h) Lugar de muestreo.
- i) Fecha y hora del muestreo.
- j) Nombre del responsable de la muestra.
- k) Observaciones.
- l) Agregar pictograma de peligrosidad, peligros, la palabra de advertencia, según lo descrito en la NTF 3059.

6.2.9. La evaluación de las muestras en el laboratorio, debe hacerse dentro de los cinco (5) días laborables después de la recepción del producto y antes de iniciar el consumo del lote de producción.

6.2.10. Las muestras se deben almacenar durante un mínimo de 30 días continuos a partir de la fecha de recepción del producto, antes de proceder a eliminarlas, o hasta el consumo total del lote.

6.3. Sulfato de aluminio sólido a granel

6.3.1. Las muestras deben ser tomadas en cada contenedor (camión, vagón, pila, bodega, entre otros) según sea el caso.

6.3.2. Si el producto es manejado en un transportador o elevador se puede utilizar un muestreo mecánico.

6.3.3. Para muestrear el producto a granel se seleccionarán puntos de muestreo uniformemente repartidos en el material. Cuando sea posible, se seleccionarán mínimo 10 puntos para tomar la muestra, los cuales deben estar separados entre sí regularmente. En cada punto debe tomarse como mínimo 3 kg de muestra aproximadamente (una palada).

6.3.4. La muestra total de aproximadamente 30 kg debe ser mezclada completamente y tomar tres porciones de 1 kg aproximadamente. Estas muestras deben guardarse en recipientes no metálicos que garanticen la hermeticidad y la protección contra la humedad. Una muestra se destina al laboratorio y las muestras restantes se guardan como testigos en caso de haber alguna no conformidad.

6.3.5. Cada muestra debe rotularse para identificarla y deberá aparecer en el rótulo la firma de quien efectuó el muestreo. Las muestras se acompañan de un formulario de control y debe ser adecuadamente diligenciado por quien tome las muestras. La etiqueta debe contener lo especificado en el apartado 6.2.8.

6.3.6. La evaluación de las muestras en el laboratorio, debe hacerse dentro de los cinco (5) días laborables después de la recepción del producto y antes de iniciar el consumo del lote de producción.

6.3.7. Las muestras se deben almacenar durante un mínimo de treinta (30) días continuos a partir de la fecha de recepción del producto, antes de proceder a eliminarlas, o hasta el consumo total del lote.

6.4. Sulfato de aluminio líquido

6.4.1. El número de recipientes a seleccionar de un lote para su muestreo dependerá del tamaño del lote y se realizará de acuerdo la tabla 3.

6.4.2. Para recipientes de 19 L, se puede utilizar como sacamuestra una pipeta de vidrio. Para recipientes de 19 L a 220 L se debe utilizar un sacamuestras con capacidad de 1 L aproximadamente. Para recipientes de más de 220 L se debe usar un envase de vidrio o de acero inoxidable con boca de diámetro interior de 25 mm a 40 mm y con capacidad aproximada de 1 L.

6.4.3. Se toman dos porciones iguales, a diferentes niveles, directamente en el recipiente a muestrear. También se puede tomar muestras durante la descarga de tanques, carrotanques o contenedores tomando porciones iguales a cinco intervalos regulares de tiempo durante la descarga. La cantidad de muestra total debe ser de 2 L aproximadamente.

6.4.4. La muestra total (2 L) deberá mezclarse completamente y dividirse en 3 porciones de 0,5 L para ensayos, las cuales se conservarán en un recipiente no metálico sellado herméticamente. Una muestra se destina al laboratorio y las muestras restantes se guardan como testigos en caso de haber alguna no conformidad.

6.4.5. Cada muestra debe rotularse para identificarla y debe aparecer en el rótulo la firma de quien efectuó el muestreo. Las muestras se acompañan de un formulario de control y debe ser adecuadamente diligenciado por quien tome las muestras. La etiqueta debe contener lo especificado en 6.2.8.

6.4.6. La evaluación de las muestras en el laboratorio, debe hacerse dentro de los cinco (5) días laborables después de la recepción del producto y antes de iniciar el consumo del lote de producción.

6.4.7. Las muestras se deben almacenar durante un mínimo de treinta (30) días continuos a partir de la fecha de recepción del producto, antes de proceder a eliminarlas o hasta el consumo total del lote.

7. MÉTODOS DE ENSAYO

7.1. Generalidades

7.1.1. Todos los reactivos deben ser de calidad para análisis.

7.1.2. Cuando se haga referencia al agua, se entenderá agua destilada.

7.1.3. En los casos en los que sea necesario titular, pueden emplearse aparatos automáticos.

7.2. Gravedad específica

7.2.1. La gravedad específica de la solución de sulfato de aluminio debe determinarse utilizando un hidrómetro de precisión modelo ASTM N° 117H que cumpla con lo establecido en la norma ASTM E100. También puede utilizarse una balanza para gravedad específica o un picnómetro.

7.2.2. El fabricante de la solución de sulfato de aluminio debe suministrar la información acerca del contenido de aluminio expresado como Al_2O_3 para diferentes lecturas de gravedad específica. También debe reportar la temperatura a la que se realizó la medición de la gravedad específica.

7.3. Determinación del contenido de materia insoluble

7.3.1. Colocar el papel de filtro (GFA 1,6 μm) o su equivalente dentro del crisol de Gooch, dejar secar entre 105 °C a 110 °C, transferir a un desecador y dejar enfriar y pesar con aproximación al 0,001 g.

7.3.2. Pesar 20 g de sulfato de aluminio sólido grado A seco; 7 g si el sulfato de aluminio sólido es grado B y 40 g si el sulfato de aluminio es líquido, con aproximación al 0,01 g. Disolver la muestra en 150 ml de agua destilada caliente y agitar hasta disolución.

7.3.3. Filtrar en el crisol Gooch que fue preparado según las instrucciones del apartado 7.3.1 Lavar el residuo con agua destilada caliente hasta que el filtrado esté libre de sulfatos (esto se evidencia cuando la solución no se precipita después de añadir una solución al 5 % de cloruro de bario); la solución filtrada se reserva para efectuar la determinación indicada en el apartado 6.4.4.

7.3.4. Secar el residuo en un horno entre 105 °C a 110 °C, llevar a masa constante y pesar con aproximación al 0,001 g; calcular el porcentaje de materia insoluble de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$MI = \frac{\text{Masa de residuo insoluble}}{\text{Masa de la muestra}} \times 100$$

dónde:

MI es la materia insoluble en agua, en %.

7.4. Determinación del contenido de alúmina total soluble y de aluminio

7.4.1. Aplicación

Este método es aplicable en presencia de cantidades regulares de hierro libre en sulfato de aluminio en estado líquido o sólido. Provee especificaciones para alúminas líquidas ácidas y altamente básicas. La aplicación está restringida al sulfato de aluminio, cuyo porcentaje de ácido sulfúrico libre con relación al porcentaje de Al_2O_3 no excede en 0,85 %.

7.4.2. Principio

El aluminio en la muestra es acomplejado con un exceso de solución estándar de etilendiaminotetraacético (EDTA) en ebullición en presencia de una solución reguladora de acetato de amonio. Se usa el anaranjado de xilenol como indicador.

7.4.3. Interferencia

Si el hierro está presente, es titulado también, para ello debe hacerse una corrección.

7.4.4. Aparatos

- a) Balanza analítica, con precisión de 0,0001 g.
- b) Balanza con precisión de 0,1 g.
- c) Vasos de precipitados de 2000 ml, 1000 ml, 400 ml, 250 ml, 150 ml, 100 ml.
- d) Probetas graduadas de 500 ml, 100 ml, 50 ml, y 25 ml.
- e) Goteros o pipetas de polietileno de 125 ml y de 60 ml.
- f) Dos frascos de polietileno de 1 L.
- g) Buretas clase A de 25 ml y 10 ml.
- h) Matraces Erlenmeyer de 500 ml y 250 ml.
- i) Matraces de 1000 ml y 500 ml.
- j) Pipetas volumétricas de transferencia clase A, de 50 ml.
- k) Jeringa desechable sin aguja de 1 ml. Se usa una para cada una de las muestras que van a ensayarse.
- l) Perlas de ebullición, agitador y pinzas.
- m) Plancha de calentamiento.

7.4.5. Reactivos

7.4.5.1. Agua destilada o desionizada.

7.4.5.2. Solución reguladora de acetato de amonio, se debe disolver 500 g de acetato de amonio en 500 ml de agua y colocar en un vaso de precipitados de 2000 ml. Adicionar 20 ml de ácido acético glacial.

7.4.5.3. Solución EDTA estandarizada, 0,05 de molaridad (M) y se debe seguir el siguiente procedimiento:

7.4.5.3.1. Adicionar 18,6 g de EDTA, sal sódica dihidratada, a 700 ml de agua en un vaso de precipitado de 1000 ml.

7.4.5.3.2. Agitar hasta disolución completa.

7.4.5.3.3. Transferir a un balón aforado de 1000 ml.

7.4.5.3.4. Diluir con agua hasta la marca y mezclar.

7.4.5.3.5. Almacenar en una botella de polietileno.

7.4.5.4. Estandarizar de la siguiente manera:

7.4.5.4.1. Pipetear 25 ml de aluminio estándar dentro de un vaso de precipitado o en un matraz Erlenmeyer de 250 ml.

7.4.5.4.2. Pipetear 50 ml de la solución EDTA dentro del mismo vaso de precipitado o en el matraz y luego mezclar.

7.4.5.4.3. Adicionar 25 ml de solución de acetato de amonio (buffer).

7.4.5.4.4. Calentar lentamente y dejar ebullición por 2 min.

7.4.5.4.5. Enfriar.

7.4.5.4.6. Adicionar de 0,1 g a 0,2 g de polvo seco ó 4 gotas del indicador de anaranjado de xilenol acuoso.

7.4.5.4.7. Mezclar y valorar con una solución de sulfato de zinc estandarizado desde una bureta de 25 ml hasta obtener un cambio de color amarillo a rojo violeta, la molaridad se calcula según la siguiente fórmula:

$$\text{Molaridad (EDTA)} = \frac{(25 \text{ ml de Al estándar}) \times (\text{mg Al/ml})}{(B - A) \times (26,98)}$$

dónde:

A son los ml de $\text{ZnSO}_4 \times \text{F}_1$

B corresponde a 50 ml de EDTA.

7.4.5.5. La solución de ácido sulfúrico 1:1 se prepara con 25 ml de agua, se adicionan cuidadosamente y agitando 25 ml de ácido sulfúrico, dejar enfriar, almacenar en un frasco de polietileno o vidrio con gotero.

7.4.5.6. Indicador de anaranjado de xilenol.

7.4.5.6.1. Indicador en polvo seco de anaranjado de xilenol y se debe:

a) Transfiera 60 g de cloruro de sodio a una hoja de papel limpio.

b) Adicione 0,1 g de sal tetrasódica de anaranjado de xilenol.

c) Levantando las esquinas del papel en forma alterna, mezcle los dos sólidos.

d) Transfiera la mezcla, una cantidad pequeña a la vez, a un mortero y triture la mezcla hasta lograr un polvo fino. Transfiera cada una de las pequeñas porciones a un frasco de boca ancha y de capacidad de 120 ml provisto de tapa para ser almacenado. El indicador es estable indefinidamente.

7.4.5.6.2. Indicador en solución de anaranjado de xilenol y se debe:

a) Para preparar el indicador en solución de anaranjado de xilenol (1 g/l acuoso), disuelva 0,1 g de la sal tetrasódica de anaranjado de xilenol en 100 ml de agua.

b) Almacene en un frasco de gotero. La solución es estable durante un mes.

7.4.5.7. Solución estándar 0,05 M de sulfato de zinc.

7.4.5.7.1. Se prepara disolviendo 15 g de sulfato de zinc heptahidratado en agua, transfiriéndolo a un matraz aforado de 1000 ml de capacidad.

7.4.5.7.2. Esta solución se diluye con agua hasta el aforo.

7.4.5.7.3. Se estandariza la solución de zinc de la siguiente manera:

a) Se toman con la pipeta 25 ml de la solución estándar 0,05 M de EDTA y se colocan dentro de un matraz Erlenmeyer de 250 ml de capacidad.

b) Se adicionan 50 ml de agua, 25 ml de solución reguladora de acetato de amonio, y 0,1 a 0,2 g de indicador en polvo seco de anaranjado de xilenol o 3 gotas ó 4 gotas de la solución indicadora de anaranjado de xilenol.

c) El EDTA se titula con la solución de sulfato de zinc desde una bureta de 25 ml hasta que el color cambie de amarillo a rojo violeta. El factor (F) se calcula de la siguiente manera:

$$F = \frac{\text{ml EDTA}}{\text{ml ZnSO}_4}$$

donde:

F es el factor de estandarización

ml EDTA son los ml de ácido etilendiaminotetraacético

ml ZnSO_4 son los ml de sulfato de zinc.

7.4.6. Preparación de la muestra estándar para el sulfato de aluminio líquido y para el sulfato de aluminio líquido libre de hierro.

7.4.6.1. En un matraz Erlenmeyer de 500 ml o en un vaso de precipitados de 400 ml se adicionan 50 ml de agua.

7.4.6.2. Con la jeringa de 1 ml se toma una cantidad de muestra hasta la marca y se seca bien. Se pesa la jeringa con la muestra con aproximación al 0,1 mg.

7.4.6.3. Se transfiere la muestra a un vaso de precipitados y se pesa nuevamente la jeringa con aproximación al 0,1 mg y se obtiene el peso de la muestra por diferencia.

7.4.6.4. Se adicionan 2 gotas de la solución 1:1 de ácido sulfúrico y se mezcla.

7.4.6.5. Se continúa con el procedimiento del apartado 7.4.8.

7.4.7. Preparación de la muestra para los otros productos del sulfato de aluminio.

7.4.7.1. Se calcula el tamaño de la muestra según la siguiente fórmula:

$$g \text{ muestra} = \frac{115}{\% \text{ de } Al_2O_3 \text{ esperado}}$$

dónde:

Al_2O_3 es sulfato de aluminio.

7.4.7.2. Se toma una muestra de este tamaño con una precisión de $\pm 0,1$ g y se pesa con una precisión de $\pm 0,001$ g.

7.4.7.3. Se transfiere cuantitativamente a los vasos de precipitados de 400 ml y se diluye hasta cerca de 300 ml con agua.

7.4.7.4. Agregar la solución de ácido sulfúrico en la cantidad que se especifica a continuación:

7.4.7.4.1. Para sulfatos de aluminio que contienen no más de unas décimas de porcentaje de Al_2O_3 libre o de ácido sulfúrico libre se adicionan de 18 gotas a 20 gotas de la solución de ácido sulfúrico en el vaso de precipitados.

7.4.7.4.2. Para sulfatos de aluminio ácidos, se calcula la cantidad de ácido sulfúrico que debe ser adicionada según la siguiente fórmula:

$$\text{Gotas } H_2SO_4 = \frac{19 - g \text{ de muestra} \times \% \text{ de } H_2SO_4 \text{ en la muestra}}{5}$$

dónde:

H_2SO_4 es la formulación química del ácido sulfúrico.

7.4.7.4.3. Agregar esta cantidad de ácido sulfúrico 1:1 al vaso de precipitados.

7.4.7.4.4. Para sulfatos de aluminio con valores de basicidad especialmente altos (que contienen más de unas décimas de porcentaje de Al_2O_3 libre), se calcula la cantidad de ácido sulfúrico que debe adicionarse según la fórmula siguiente:

$$\text{Gotas de } H_2SO_4 = 19 + (g \text{ de muestra} \times \% \text{ } Al_2O_3 \text{ libre en la muestra} \times 0,06)$$

dónde:

H_2SO_4 es la formulación química del ácido sulfúrico.

7.4.7.4.5. Agregar esta cantidad de H_2SO_4 1:1 al vaso de precipitados.

7.4.7.5. Para muestras de alúmina seca, se agita con una varilla de vidrio y se calienta si es necesario para disolver completamente la muestra, luego se deja enfriar la solución a temperatura ambiente y se transfiere cuantitativamente a un balón aforado de 500 ml y por último se diluye hasta el aforo con agua.

7.4.7.6. Se toman con la pipeta 50 ml de la muestra y se colocan en un matraz Erlenmeyer de 500 ml o en un vaso de precipitados de 400 ml.

7.4.7.7. Se continúa con el procedimiento indicado en el apartado 7.4.8.1.

NOTA. Pueden utilizarse ampollas estandarizadas de uso comercial de concentración conocida, en caso de ser necesario.

7.4.8. Procedimiento

7.4.8.1. Se toman con la pipeta 50 ml de la solución estándar 0,05 M de EDTA y se adicionan a la muestra que está preparada en solución. Se adicionan 25 ml de la solución reguladora de acetato de amonio. Se agita suavemente y se mezcla adicionando perlas de ebullición.

7.4.8.2. Se calienta el contenido en una plancha de calentamiento y se continúa la ebullición por 2 min o 3 min. Se enfría la solución a temperatura ambiente.

7.4.8.3. Se adicionan de 3 gotas a 4 gotas de la solución indicadora de anaranjado de xilenol ó 0,1g a 0,2 g de indicador en polvo seco de anaranjado de xilenol, se valora el exceso de EDTA con la solución estándar 0,05 M de sulfato de zinc desde una bureta de 25 ml hasta que el color cambie de amarillo a rojo violeta.

7.4.8.4. Se determina el contenido total de hierro en la muestra como Fe₂O₃ usando el método descrito en el apartado 6.4.4. Se omite este paso cuando se analiza el sulfato de aluminio libre de hierro.

7.4.9. Expresión de resultados

7.4.9.1. Se expresa según la siguiente ecuación:

$$\% Al_2O_3 + Fe \text{ total expresados como } Al_2O_3 = \frac{[(ml \text{ EDTA}) - (ml Z_nSO_4)] \times \text{Molaridad} \times 5,098}{\text{gramos de muestra valorada}}$$

dónde:

Al₂O₃ es la formulación química del óxido de aluminio

Fe símbolo químico del hierro

mZ_nSO₄ es la formulación química del sulfato de zinc.

7.4.9.2. Los ml de EDTA deben ser corregidos a 20 °C (ver tabla 5).

TABLA 5. Corrección de temperaturas para soluciones volumétricas

Temperatura (°C)	ml Corrección por ml usados		
	Solución N/20 o menos	Solución N/10	Solución N/1
15	+ 0,0008	+ 0,0008	+0,0011
16	+ 0,0006	+ 0,0007	+0,0009
17	+ 0,0005	+ 0,0005	+0,0007
18	+ 0,0003	+ 0,0004	+0,0005
19	+ 0,0002	+ 0,0002	+0,0003
20	+ 0,0000	+ 0,000	+0,0000
21	- 0,0002	- 0,0002	- 0,0003
22	- 0,0004	- 0,0004	- 0,0005
23	- 0,0006	- 0,0006	- 0,0008
24	- 0,0008	- 0,0009	-0,0012
25	- 0,0010	- 0,0011	- 0,0015
26	- 0,0013	- 0,0013	- 0,0018
27	- 0,0015	- 0,0016	- 0,0022
28	- 0,0018	- 0,0019	- 0,0025
29	- 0,0020	- 0,0021	- 0,0029
30	- 0,0023	- 0,0024	- 0,0033

[FUENTE: Tomada de Norma Técnica FONDONORMA NTF 1350, pág. 18].

7.5. Determinación del contenido de hierro total soluble en agua

7.5.1. Aparatos

- a) Espectrofotómetro.
- b) Equipo de absorción atómica.

7.5.2. Reactivos

7.5.2.1. Solución al 10 % en masa de tiocianato de potasio (KCNS).

7.5.2.2. Solución 1:1 de ácido sulfúrico en volumen o 18 N.

7.5.2.3. Se prepara mezclando cuidadosamente, mientras se agita, igual volumen de agua y ácido sulfúrico en un vaso de precipitado. Debe dejar enfriar a temperatura ambiente.

7.5.2.4. Debe tener la precaución de siempre adicionar el ácido al agua.

7.5.2.5. Solución aproximadamente al 1 % de permanganato de potasio $KMnO_4$.

7.5.2.6. Esta solución debe guardarse en frascos de vidrio de color ámbar (tiempo de vida útil: 6 meses).

7.5.2.7. Solución patrón de hierro (1,0 mg Fe/ml).

7.5.2.8. Solución patrón de hierro (0,10 mg Fe/ml).

7.5.2.9. Se prepara por disolución de la solución patrón de 1,0 mg Fe/ml. Se agregan 10 ml de la solución de H₂SO₄ 1:1 por cada litro de la solución patrón.

NOTA. Pueden utilizarse ampollas estandarizadas de uso comercial de concentración conocida, en caso de ser necesario.

7.5.3. Calibración

7.5.3.1. En un balón aforado de 100 ml de capacidad se coloca 1,00 ml de la solución patrón de hierro (ver 7.5.2.9) usando una pipeta. Luego se adicionan 50 ml de agua, 10,0 ml de la solución 1:1 de ácido sulfúrico, y gota a gota solución de permanganato de potasio hasta obtener un color rosado que sea persistente. Finalmente se adicionan 10,0 ml de la solución al 10 % de KCNS y se lleva hasta la marca. Se lee en el espectrofotómetro a 475 nm, dentro de los 10 minutos siguientes contrastando contra un blanco, el cual se prepara adicionando 10 ml de la solución al 10 % KCNS, 10 ml de la solución 1:1 de ácido sulfúrico en un balón aforado de 100 ml y diluyendo con agua hasta la marca y mezclando.

7.5.3.2. Se repite el procedimiento utilizando 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml y 5,0 ml de la solución patrón de hierro (0,10 mg/ml). Las lecturas deben efectuarse dentro de los 10 min siguientes a la preparación de las soluciones.

7.5.3.3. Si el espectrofotómetro no permite la lectura directa, debe elaborarse una curva de calibración utilizando los valores de la absorbancia en función de los miligramos de hierro o elaborando una gráfica del porcentaje de transmitancia en función de los miligramos de hierro.

7.5.4. Procedimiento

7.5.4.1. Pasar 10 g de sulfato de aluminio líquido con aproximación al 0,01 g ó 5 g de sulfato de aluminio seco grado A y se diluyen, hasta 1 L.

7.5.4.2. Si el sulfato es grado B se utiliza el filtrado obtenido en el apartado 7.3.2. Dentro de un balón aforado de 100 ml de capacidad se adicionan 10,0 ml de la muestra que está en solución, 50 ml de agua, 10 ml de solución 1:1 de ácido sulfúrico, gota a gota solución del 1 % de permanganato de potasio hasta obtener un color rosado persistente.

7.5.4.3. Se deja enfriar a temperatura ambiente. Se adicionan 10 ml de la solución al 10 % de KCSN y se lleva hasta la marca.

7.5.4.4. Se efectúa 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.

7.5.4.5. Este procedimiento es el utilizado para determinar el contenido de hierro en el sulfato de aluminio líquido en un intervalo entre (0,1 y 0,7) % Fe₂O₃. Si el contenido de hierro está fuera de este intervalo, se debe tomar una alícuota adecuada, la cual deberá tenerse en cuenta en el momento de efectuar el cálculo indicado en el apartado 7.6.2.

7.6. Hierro férrico

7.6.1. Procedimiento

Se utiliza el procedimiento indicado para el ensayo de hierro total (ver apartado 7.5), excepto que no se usa el permanganato de potasio.

7.6.2. Expresión de resultados

Se expresa de la siguiente manera:

$$\% \text{ hierro como } Fe_2O_3 = \frac{M \times B \times C \times 100}{W \times D}$$

dónde:

M es el contenido de Fe, en mg

B es el volumen total de la solución en ensayo, dividida por la porción usada $1000 \text{ ml}/10 \text{ ml} = 100$

C es el factor de conversión de Fe a $Fe_2O_3 = 1,4297$

W es el peso de la muestra, en g

D es el factor de conversión, masa de la muestra de g a mg = 1000.

7.7. Hierro ferroso

Se resta del valor obtenido para el ion férrico expresado como Fe_2O_3 (ver apartado 7.6) del total de óxido de hierro (ver apartado 7.5). Si se multiplica este resultado por 0,90 se obtiene el contenido de ion ferroso en términos de óxido ferroso (FeO).

7.8. Basicidad o ácido libre

7.8.1. Método directo

En este método el hidróxido de potasio puede ser usado como el álcali en reemplazo del hidróxido de sodio o de bases equivalentes.

7.8.2. Reactivos

7.8.2.1. Solución alcohólica al 0,1 % de fenolftaleína.

7.8.2.2. Solución de fluoruro de potasio.

7.8.2.2.1. Se prepara disolviendo 1000 g de fluoruro de potasio puro en 1200 ml de agua caliente libre de CO_2 y 0,5 ml de solución de fenolftaleína.

7.8.2.2.2. Luego se neutraliza con la solución de hidróxido de potasio o de ácido sulfúrico hasta que 1 ml de la solución en 10 ml de agua destilada libre de CO_2 presente un ligero color rosado.

7.8.2.2.3. Si existe materia insoluble debe filtrarse la solución sin lavar.

7.8.2.2.4. Finalmente se diluye a 2000 ml con agua libre de CO_2 .

7.8.2.2.5. Debe almacenarse en envases plásticos.

7.8.2.3. Soluciones 0,5 N de ácido sulfúrico y 0,5 N de hidróxido de sodio.

7.8.2.3.1. Se estandariza el álcali contra un ácido en 40 ml aproximadamente de agua destilada a la cual se le han adicionado 10 ml de la solución de fluoruro de potasio, según ASTM 200. La preparación estandarización de la soluciones EDTA-NaOH y H₂SO₄ (ver apartado 7.8.2.2).

NOTA. La preparación estandarización de la soluciones EDTA-NaOH y H₂SO₄, se puede verificar en la norma ASTM E200.

7.8.2.3.2. Debe adicionarse 0,5 ml de solución alcohólica de fenolftaleína como indicador (ver apartado 7.8.2.1).

7.8.3. Procedimiento

7.8.3.1. Se usa solución de la muestra equivalente aproximadamente 3,5 g de sulfato de aluminio seco (7,0 g aproximadamente de líquido), o disolviendo esta cantidad en aproximadamente 100 ml de agua destilada y caliente hasta ebullición. Si el sulfato es tipo B se filtra sobre papel de filtro 42 o su equivalente.

7.8.3.2. Se adiciona a la solución caliente 10 ml de solución de ácido sulfúrico 0,5 N. Enfriar a temperatura ambiente.

7.8.3.3. Se adiciona de 18 ml a 20 ml de solución de fluoruro de potasio y 0,5 ml de solución alcohólica de fenolftaleína.

7.8.3.4. Se titula con solución 0,5 de normalidad (N) de hidróxido de sodio, gota a gota, hasta que el color rosado persista durante 1 min.

7.8.3.5. La titulación indica si la muestra es ácida o básica.

7.8.3.6. Si durante la titulación con hidróxido de sodio, la solución se oscurece, significa que se ha añadido poca solución de fluoruro de potasio. En tal caso, debe repetirse el ensayo con una nueva muestra añadiendo mayor cantidad de fluoruro de potasio.

NOTA. Este fenómeno se puede presentar en sulfatos de aluminio con alto contenido de hierro.

7.8.4. Expresión de resultados

$$\% \text{ alúmina libre (Al}_2\text{O}_3) = \frac{(A - B) \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

dónde:

A es el volumen de H₂SO₄ 0,5 N, en ml.

B es el volumen de NaOH 0,5 N, en ml.

$$\% \text{ ácido sulfúrico libre (H}_2\text{SO}_4) = \frac{(C - D) \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

dónde:

C es el volumen de NaOH 0,5 N, en ml.

D es el volumen de H₂SO₄ 0,5 N, en ml.

7.8.5. Interpretación de resultados

La alúmina es básica si la valoración en retroceso con hidróxido de sodio es menor que la cantidad de ácido sulfúrico adicionado (es decir, menos de 10 ml). Existe ácido libre si la cantidad de hidróxido de sodio utilizada en la valoración en retroceso es mayor que la cantidad de ácido sulfúrico adicionado (es decir mayor que 10 ml). La muestra es neutra si la cantidad de hidróxido de sodio utilizada en la valoración en retroceso es igual a la cantidad de ácido sulfúrico adicionada.

7.8.6. Errores del método

7.8.6.1. La diferencia entre los resultados de una determinación efectuada por duplicado no debe exceder del 5 %, caso contrario, debe repetirse.

7.8.6.2. Si durante la titulación con NaOH, la solución se oscurece, significa que se ha añadido poca solución de fluoruro de potasio. En tal caso, hay que repetir el ensayo con una nueva muestra añadiendo mayor cantidad de fluoruro de potasio. Este fenómeno se puede presentar en sulfatos de aluminio con alto contenido de hierro.

7.9. Método alternativo para determinar alúmina total

7.9.1. Generalidades

Se refiere al método analítico por espectrofotometría de absorción atómica.

7.9.2. Reactivos

7.9.2.1. Agua desionizada.

7.9.2.2. Solución de cloruro de potasio al 25 %.

7.9.2.3. Disolver 125 g de cloruro de potasio (KCl) grado reactivo, en agua desionizada, en un balón volumétrico de 500 ml y completar a volumen.

7.9.2.4. Ácido nítrico (HNO₃), concentrado, grado reactivo.

7.9.2.5. Solución de referencia de aluminio, que contenga 1000 mg/l de Al.

7.9.2.6. Soluciones patrón de aluminio.

7.9.2.6.1. En una serie de balones volumétricos de 100 ml, se adiciona mediante una pipeta, 0,0; 1,0; 2,5 y 5,0 ml de la solución patrón de aluminio (1000 mg Al/l).

7.9.2.6.2. Se adiciona 2,0 ml de solución de KCl al 25 % y 1,0 ml de ácido nítrico concentrado a cada balón. Se diluye con agua desionizada y se completa a volumen y se mezcla.

7.9.2.6.3. Estas soluciones patrón tienen una concentración de 0, 10, 15 y 50 mg/l de Al, respectivamente.

7.9.3. Aparatos

a) Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA).

- b) Lámpara de cátodo de aluminio.
- c) Balones aforados de diferentes volúmenes.
- d) Balanza analítica con precisión 0,001 g.
- e) Pipetas de diferentes volúmenes.

7.9.4. Condiciones de operación del instrumento

7.9.4.1. Longitud de onda: 309,3 nanómetros (nm).

7.9.4.2. Ancho de rejilla: 0,7 nm.

7.9.4.3. Energía de la lámpara: 15 miliamperios (mA).

7.9.4.4. Quemador: N₂O de ranura simple en paralelo.

7.9.4.5. Tipo de llama: Oxidante N₂O-Acetileno (delgada, azul).

7.9.4.6. Presión del gas: según recomendaciones del fabricante, dependiendo del equipo de control de gas en uso.

7.9.5. Procedimiento

7.9.5.1. Se prepara la muestra y se hacen diluciones si es necesario con agua desionizada, hasta lograr la dilución que se encuentre dentro del rango lineal de trabajo del instrumento (< 50 mg/l de Al). Generalmente, la primera dilución es 1:50. Todas las muestras deben ser pesadas con precisión de 0,001 g. Para preparar la segunda dilución, se toma con una pipeta 5,0 ml de la solución anterior y se lleva a un balón volumétrico de 100 ml.

7.9.5.2. Con una pipeta, se colocan 2,0 ml de la solución de KCl al 25 % y 1,0 ml de HNO₃ concentrado en el balón volumétrico y se complementa a volumen con agua desionizada y se mezcla. Se debe preparar un blanco, repitiendo este paso, utilizando un balón volumétrico limpio y seco.

7.9.5.3. Se optimizan los parámetros experimentales, tales como longitud de onda, posición del quemador, alineación de la lámpara, relaciones combustible - oxidante, velocidad de nebulización, según las instrucciones del fabricante.

7.9.6. Expresión de resultados

La concentración en mg/l de Al en la muestra se expresa de la siguiente manera:

$$\text{mg/l de Al} = \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \text{ en la muestra diluida} \right) \times D$$

dónde:

D es un factor de dilución apropiado

mg/l de Al son los miligramos de aluminio/10000.

7.9.7. Registro de los datos

7.9.7.1. El agua destilada y la soluciones deben estar libre de mg/l de Al.

7.9.7.2. Precisión: la desviación en la muestra debe ser 1,18 % y determinada por triplicado de cuatro (4) muestras y por un operador.

8. DECLARACIÓN DE CONFORMIDAD

El vendedor debe entregar un certificado de análisis en el cual conste que el sulfato de aluminio suministrado bajo las órdenes de compra, cumple con todos los requisitos establecidos en esta norma o con los requisitos convenidos.

9. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO

9.1. Si el sulfato de aluminio entregado no está conforme con los requisitos de la norma, el comprador debe suministrarle al vendedor el informe sobre la no conformidad, dentro de los diez (10) días hábiles siguientes a la recepción del producto en el sitio de destino.

9.2. Los resultados de los ensayos hechos por el comprador prevalecerán salvo que el vendedor notifique al comprador, dentro de los cinco (5) días hábiles siguientes a la recepción del informe, sobre su deseo de efectuar un nuevo ensayo.

9.3. Cuando el comprador reciba la petición para efectuar el nuevo ensayo, enviará al vendedor una de las muestras selladas y tomadas de acuerdo con lo indicado en el capítulo 5.

9.4. En el caso de que el resultado obtenido por el vendedor en el nuevo ensayo no coincida con el obtenido por el comprador, se enviará la otra muestra sellada y sin abrir a un laboratorio de referencia que sea escogido por acuerdo entre las partes.

9.5. El resultado del análisis efectuado en el arbitraje debe aceptarse como el final.

9.6. Los costos de los ensayos son sufragados por el vendedor, si se encuentra que el material no cumple con los requisitos de esta norma, en caso contrario deben ser pagados el comprador.

10. ROTULACIÓN Y ENVASADO

10.1. Rotulación

10.1.1. El sulfato de aluminio empleado en el tratamiento de potabilización de aguas como coagulante, debe ser registrado, como lo establece la autoridad sanitaria competente.

10.1.2. Cada empaque debe marcarse con caracteres indelebles, en un lugar visible y en idioma español, como mínimo, con la siguiente información:

- a) Marca comercial.
- b) Contenido, en kg o L.
- c) Ingrediente activo y su concentración.
- d) Nombre y dirección del fabricante o distribuidor.
- e) Número de lote y fecha de producción.
- f) Número de identificación Naciones Unidas (sólido N°. 9078 o solución N°. 1760). (Ver COVENIN 2670).
- g) Número del registro otorgado por la autoridad sanitaria competente.
- h) Precauciones en el manejo, uso del producto y acciones en caso de intoxicación y derrame, según NTF 3059.

i) Cualquier otra indicación que establezcan las leyes y reglamentaciones.

10.1.3. Cuando el envío sea a granel, la información indicada en el apartado anterior, estará acompañando los documentos de carga.

10.2. Envasado y transporte

10.2.1. Generalidades

El empaque del sulfato de aluminio y su transporte cumplirá con la legislación nacional vigente.

10.2.2. Sólido

Puede transportarse a granel, en bolsas de polipropileno o en bolsas de papel de varias capas. El peso neto de los empaques, no debe diferir del peso registrado en más del 2,5 %. Si se hace alguna excepción con respecto al peso del material recibido, ésta se basa en un certificado del peso unitario, que no debe ser menor al 10 % de los empaques del cargamento. Estos deben seleccionarse al azar de todo el despacho.

10.2.3. Líquido

10.2.3.1. El sulfato de aluminio líquido puede enviarse en tanques y carrotanques. El tanque debe estar construido en un material adecuado que sea inerte al ataque ácido del producto.

10.2.3.2. Los tanques y carrotanques deben estar acondicionados para permitir el transporte del sulfato de aluminio líquido sin alterar su naturaleza y sin producir ningún efecto que reduzca la posibilidad de uso del sulfato de aluminio en el tratamiento para potabilización de aguas.

10.2.3.3. En caso que la transacción comercial se haga por una cantidad inferior a la capacidad del embarque, el comprador y el vendedor deben acordar el tamaño y el tipo del contenedor que va a utilizarse.

10.2.4. Contaminación

El vendedor debe inspeccionar cuidadosamente el embalaje que se utilice antes de cargar el producto, para garantizar que el sulfato de aluminio no sea contaminado.

10.2.5. Certificación del peso

El cargamento debe venir acompañado de un certificado de peso y el comprador puede verificarlo a la entrega del mismo.

BIBLIOGRAFÍA

COVENIN 3059:2002. *Materiales Peligrosos. Hoja de datos de Seguridad de los materiales (HDSM)*. (1ra Revisión).

COVENIN 3060:2002. *Materiales peligrosos. Clasificación, símbolos y dimensiones de señales de identificación*. (1ra. Revisión).

MÉXICO. NMX-AA-122-SCFI: 2006. *Potabilización del agua para uso y consumo humano – sulfato de aluminio – especificaciones y métodos de prueba*.

VENEZUELA. *Ley sobre sustancias, materiales y desechos peligrosos*. Gaceta Oficial Extraordinaria N° 5.554 del 13 de noviembre de 2001.

VENEZUELA. *Ley Orgánica del Ambiente*. Gaceta Oficial Extraordinaria N° 5.833 del 22 de diciembre de 2006.

VENEZUELA. *Normas para el control de la recuperación de materiales peligrosos y el manejo de los desechos peligrosos*. Gaceta Oficial Extraordinaria N° 5.245 del 3 de agosto de 1998.