
NORMA CUBANA

NC

387: 2005

**PRODUCTOS QUIMICOS PARA USO INDUSTRIAL —
SULFATO DE ALUMINIO**

Chemical products for industrial use — Aluminum Sulphate

ICS: 71.060.50; 71.080.70

**1. Edición Enero 2005
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA**

**Oficina Nacional de Normalización Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048 Correo electrónico: nc@ncnorma.cu**



Cuban National Bureau of Standards

NC 387: 2005

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/CTN 105 Química, integrado por las entidades siguientes:

Ministerio del Azúcar
Ministerio de la Industria Básica
Ministerio de las Fuerzas Armadas Revolucionarias
Ministerio del Interior
Ministerio de la Industria Alimenticia
Ministerio de la Industria Ligera
Ministerio del Turismo

Ministerio de Salud Pública
Estado Mayor de la Defensa Civil Nacional
Unión Nacional de Industrias Locales del Poder Popular

CUBACONTROL S.A.
QUIMIPORT
CENIC -MES
CUJAE - MES
Universidad de La Habana - MES
Instituto de Farmacia y Alimentos- MES
Instituto de Materiales y Reactivos para la Industria
Electrónica- MES
Instituto de Investigaciones en Normalización - ONN
Instituto de Investigaciones en Metrología- ONN
Oficina Nacional de Normalización - CITMA

- Sustituye a las normas siguientes:
 - NC 24- 69- 1:87 Productos químicos inorgánicos. Sulfato de aluminio técnico. Determinación del contenido de materia insoluble.
 - NC 24- 69- 2:87 Productos químicos inorgánicos. Sulfato de aluminio técnico. Determinación fotométrica de hierro. Método del 2-2' bipyridilo.
 - NC 24- 69- 3:87 Productos químicos inorgánico. Sulfato de aluminio técnico. Determinación del contenido de óxido de aluminio.
 - NC 24- 69- 5:87 Productos químicos inorgánicos. Sulfato de aluminio técnico. Determinación de la basicidad y acidez libre.
 - NC 24- 69- 6:87 Productos químicos inorgánicos. Sulfato de aluminio técnico. Determinación de la granulometría.

© NC, 2005

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba

0 Introducción

0.1 Seguridad y control de derrames

El sulfato de aluminio es una solución reguladora ácida que provoca irritación al entrar en contacto con los ojos, la piel o las mucosas. Para su manipulación se requiere ropa y equipo de protección, al igual que una buena ventilación, procedimientos de manejo y limpieza personal adecuados.

0.2 Equipo de protección

El polvo seco de sulfato de aluminio puede causar irritación en el sistema respiratorio y los ojos. Para las personas que trabajan en cercanía de polvo de sulfato de aluminio, se recomienda utilizar máscaras, gafas protectoras y guantes.

Igualmente se deben tomar precauciones para evitar que el alumbre líquido salpique. Se debe utilizar un protector facial para proteger los ojos. Para proteger la ropa del alumbre líquido también se puede usar protección exterior, tal como chaquetas y pantalones de caucho impermeables o vinilo.

0.3 Primeros auxilios

En caso de contacto con los ojos, se debe lavar con abundante agua si la irritación continúa, se debe acudir enseguida al médico. Si el contacto es con la piel, se debe lavar también con abundante agua.

Se puede obtener información adicional en las hojas de información de seguridad (ficha de dato de seguridad) sobre el material (HISM) suministradas por el fabricante o por el proveedor.

0.4 Consideraciones relativas a derramamiento

Los tanques exteriores de almacenamiento deben estar protegidos adecuadamente con un dique u otro medio secundario adecuado de contención. Estas medidas secundarias apropiadas se deben tomar para evitar que los derramamientos o escapes de los tanques interiores de almacenamiento, de los carros tanque o de las estaciones de descarga de éstos, entren en el alcantarillado u otros canales que descargan directamente en una masa de agua o sistema de alcantarillado municipal.

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

PRODUCTOS QUIMICOS PARA USO INDUSTRIAL—SULFATO DE ALUMINIO

1 Objeto

Esta norma contempla las especificaciones del sulfato de aluminio técnico en forma de terrón o en grano y los métodos de ensayo utilizados para la determinación del contenido de materia insoluble, de alúmina total soluble y de aluminio, hierro total soluble en agua, ión férrico, hierro ferroso, basicidad y/o ácido libre, método alterno para determinar alúmina total, el cual es usado en el consumo humano e industrial.

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, sólo se toma en consideración la edición citada. (Incluyendo todas las enmiendas).

ASTM E 11: 2004 Standard specification for wire cloth and sieves for testing purpose

3 Definiciones

Las siguientes definiciones se establecen para propósitos de esta norma:

3.1.1 acidez libre en el sulfato de aluminio

El alumbre ácido contiene ácido sulfúrico, el cual no se ha combinado como sulfato de aluminio (expresado como "H₂ SO₄ libre").

3.1.2 sulfato de aluminio

Producto obtenido por la reacción entre el ácido sulfúrico y el hidróxido de aluminio, o un mineral rico en aluminio como la bauxita.

3.1.3 basicidad libre en el sulfato de aluminio

El alumbre básico contiene aluminio soluble en agua, que no se ha combinado como sulfato de aluminio (expresado como "Al₂O₃ libre").

3.1.4 sulfato de aluminio técnico

Aquel que en forma de terrón o grano cumple con los requisitos de esta norma y contiene máximo 0,5 % de materia insoluble en agua.

4 Especificaciones del material

4.1 Requisitos físicos

El sulfato de aluminio es el producto de la reacción entre el ácido sulfúrico y el hidróxido de aluminio o un mineral rico en aluminio como la bauxita. El sulfato de aluminio en estado sólido deberá estar seco, limpio y se presentará en forma de terrón o en grano.

4.1.2 sulfato de aluminio en terrón

Tendrá un tamaño de partícula tal que el 100% pase a través de una malla de 7,62 cm (3 pulgadas) y que por lo menos el 75% quede retenido en el tamiz de 1,27 cm (1/2 pulgada) (véase ASTM E 11).

4.1.3 sulfato de aluminio en forma de grano

Este sulfato de aluminio tendrá un tamaño de partícula tal que el 90% pase a través del tamiz N° 10 y que el 100% pase a través del tamiz N° 4 (véase ASTM E 11).

4.2 Requisitos químicos

4.2.1 Contenido del aluminio

El sulfato de aluminio en terrón o en grano, técnico, tendrá un contenido de alúmina soluble en agua mínimo del 9,0 % como Al o del 17 % como Al_2O_3 .

4.2.2 Sulfato de aluminio básico y ácido

El rango de basicidad o acidez del sulfato será acordado entre cliente y proveedor.

4.2.3 Materia insoluble en agua

El sulfato de aluminio técnico en terrón o en grano tendrá máxima 0.5 % de materia insoluble en agua.

4.3 Impurezas

4.3.1 Impurezas generales

El sulfato de aluminio suministrado de acuerdo con las especificaciones de esta norma, puede contener materiales no solubles o sustancias orgánicas en cantidades que no produzcan deterioro y efectos en la salud del consumidor del agua que va a tratarse con el sulfato de aluminio.

4.3.2 Límites de impureza específicas¹

El contenido total hierro soluble en agua (expresado como Fe_2O_3) en el sulfato de aluminio debe ser cuando máximo del 0,75 %² sobre la base del 17 % de Al_2O_3 (9 % de Al), en el sulfato de aluminio seco.

¹ Los límites de las impurezas con excepción de los que aparecen el apartado 4.3.2 están consignadas en Codex de la Química del Agua. (National Academy Press, 2101 Constitution ave NW. Washington, D.C. 20418-1982 ed)

² Existen plantas de tratamiento en donde el sulfato de aluminio con un alto contenido de hierro puede ser usado sin incrementar el contenido de hierro en el agua tratada Si el cliente determina que el sulfato de aluminio con un alto contenido de hierro puede ser utilizado satisfactoriamente y luego especifica un contenido de hierro alto, el sulfato de aluminio puede ser despachado.

5 Muestreo, empaque, transporte y rotulado

5.1 Muestreo

5.1.1 Sitio de muestreo

Las muestras de sulfato de aluminio deben ser tomadas en el punto de destino.

5.1.2 Sulfato de aluminio en terrón o en grano

5.1.2.1 Si el producto es manejable en transportador o elevador, es conveniente un muestreo mecánico.

5.1.2.2 Si el producto está empacado, deberá muestrearse el 5 % de los empaques que estén en perfectas condiciones.

5.1.2.3 Para muestrear el producto que está en forma de grano a granel se seleccionarán puntos de muestreo uniformemente repartidos en la superficie del 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 mínima 3,2 kg aproximadamente.

5.1.2.4 La muestra debe tomarse cuidadosamente para que sea representativa e incluya cantidades proporcionales de terrón y material en grano.

5.1.2.5 Sulfato de aluminio sólido a granel en vagones o en empaques. Se extraerá la muestra usando un tubo muestreador u otro dispositivo que tenga como mínimo 2 cm (3/4 de pulgada) de diámetro.

5.1.2.6 La muestra total (sin cuartear) debe pesar mínimo 23 kg, debe ser triturada si es necesario, mezclado completamente y dividido en tres porciones de 0,5 kg aproximadamente. Estas muestras deben guardarse en recipientes de vidrio, sellarse herméticamente y protegerse de la humedad.

5.1.2.7 La muestra de 0,5 kg de sulfato de aluminio en terrón, destinada al laboratorio debe ser cuarteadada en porciones de aproximadamente 100 g. Esta cantidad se muele mecánicamente o manualmente en un mortero, hasta un tamaño tal que pase totalmente por un tamiz No. 30 (véase ASTM E 11). Después de ser completamente mezclada, la muestra se coloca en un recipiente hermético. Las muestras de sulfato de aluminio en grano se dividen de la misma manera, excepto que las muestras no necesiten ser pulverizadas. La cantidad de sustancia debe ser pesada rápidamente para evitar cambios en el contenido de humedad.

5.1.2.8 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 completado por quien tome las muestras.

5.2 Empaque y transporte

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

5.2.1 En terrón y en grano

Podrá transportarse a granel o en tambores metálicos, en bolsas de papel de varias capas o

bolsas de polipropileno. El peso neto de los empaques, no deberá diferir del peso registrado en más del 2,5 %. Si se hace alguna excepción con respecto al peso del material recibido, que no será menor al 10 % de los empaques del cargamento Estos deberán seleccionarse al azar de todo el despacho.

5.2.2 Contaminación

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

5.2.3 Certificación del peso

El cliente puede solicitar que el cargamento venga acompañado de un certificado de peso, o puede ser también verificado por el cliente a la entrega del mismo.

5.3 Rotulado

Cada despacho de sulfato de aluminio en terrón o en grano debe venir acompañado de una identificación. Cada contenedor o embalaje en general tendrá marcado en forma indeleble la siguiente información:

1. Contenido: sulfato de aluminio,
2. Peso neto,
3. Nombre del fabricante,
4. Marca de fábrica.
5. País de origen,
6. Precauciones para el uso y manejo.

6 Métodos de ensayo

6.1 Muestreo

El muestreo se desarrollará de acuerdo con lo establecido en el capítulo 5.

6.1.1 Seguridad

Si no está familiarizado con el cuidado que se debe tener con cualquiera de los reactivos usados en el siguiente procedimiento, consulte la ficha de dato de seguridad del fabricante para el producto u otro material de referencia.

6.2 Determinación del contenido de materia insoluble

6.2.1 Procedimiento

6.2.1.1 Se coloca el filtro de fibra de vidrio Wathamn GFA o su equivalente dentro del Grisol

Gooch, se deja secar de 105°C a 110°C se transfiere a un desecador y se deja enfriar y se pesa con aproximación al 0,001g.

6.2.1.2 Se pesan 20 g de sulfato de aluminio seco de 105°C a 110°C con aproximación a 0,01 g. Se disuelve el sulfato de aluminio en 150 cm³ de agua destilada caliente y se agita durante unos pocos minutos.

6.2.1.3 Se filtra en el Grisol Gooch que fue preparado según las instrucciones del apartado 6.2.1.1 o embudo Buschner con papel de filtro de velocidad de filtración similar al Grisol Gooch previamente pesado. Se lava 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).

6.2.1.4 El residuo se seca en un horno entre 105°C y 110°C, se lleva a masa constante y se pesa con aproximación al 0,001 g, se calcula el porcentaje de materia insoluble de acuerdo con la siguiente ecuación:

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

Donde:

MI = materia insoluble en agua, en porcentaje.

6.3 Determinación del contenido de alúmina total soluble y de aluminio

6.3.1 Aplicación

Este método es aplicable en presencia de cantidades regulares de hierro libre en sulfato de aluminio en estado líquido o sólido. Provee resultados 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 Al₂O₃ no excede en 0,85.%

6.3.2 Principio

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

6.3.3 Interferencia

El hierro, si está presente, es titulado también; por ello debe hacerse una corrección.

6.3.4 Aparatos

6.3.4.1 Balanza analítica, con precisión de 0,0001 g

6.3.4.2 Balanza con precisión de 0,1 g

6.3.4.3 Vasos de precipitados de 1500 cm³, 400 cm³, 250 cm³, 150 cm³, 100 cm³

6.3.4.4 Probetas graduadas de 500 cm³, 100 cm³, 50 cm³ y 25 cm³

6.3.4.5 Goteros o pipetas de polietileno de 125 cm³ y de 60 cm³

6.3.4.6 Frascos de Polietileno de 1 L

6.3.4.7 Buretas clase A de 25 cm³ y 10 cm³

6.3.4.8 Erlenmeyer de 500 cm³ y 250 cm³

6.3.4.9 Matraces de 1 L y 500 cm³

6.3.4.10 Pipetas volumétricas de transferencia clase A, de 50 cm³

6.3.4.11 Frasco de pesada

6.3.4.12 Agitador, pinzas

6.3.4.13 Plancha de calentamiento.

6.3.5 Reactivos

6.3.5.1 Agua. El agua usada en la preparación de estos reactivos y en el procedimiento debe ser desionizada o destilada.

6.3.5.2 Solución reguladora de acetato de amonio. Se disuelven 500 g de acetato de amonio en 500 cm³ de agua y se colocan en un vaso de precipitados de 1500 cm³. Se adiciona 20 cm³ de ácido acético glacial.

6.3.5.3 Solución de EDTA, 0,05 mol/L. La solución se prepara y se estandariza (de acuerdo con lo indicado en el ASTM E200).

6.3.5.4 Solución de ácido sulfúrico 1:1. A 25 cm³ de agua se adicionan cuidadosamente y agitando 25 cm³ de ácido sulfúrico, se deja enfriar, se almacena en un frasco de polietileno o vidrio con gotero.

6.3.5.5 Solución indicadora de anaranjado de xilenol, al 0,1%. Se prepara disolviendo 0,1 g de sal tetrasódica de anaranjado de xilenol en 100 cm³ de agua. Se almacena en una botella con gotero.

La vida útil de esta solución es de aproximadamente 6 meses.

6.3.5.6 Solución estándar 0,05 mol/L de sulfato de cinc. Se prepara disolviendo 15 g de sulfato de cinheptahidratado en agua, transfiriéndolo a un matraz aforado de 1 000 cm³ de capacidad. Esta solución se diluye hasta la marca con agua. Se estandariza la solución de cinc de la siguiente manera:

Se toman con la pipeta 25 cm³ de la solución estándar 0,05 mol/L de EDTA y se colocan dentro del erlenmeyer de 250 cm³ de capacidad. Se adicionan 50 cm³ de agua, 24 cm³ a 25 cm³ de solución reguladora de acetato de amonio, y 3 ó 4 gotas de la solución indicadora de anaranjado

de xilenol. El EDTA se titula con la solución de sulfato de cinc desde una bureta de 25 cm³ hasta que el color cambie de amarillo a rojo violeta. El factor F se calcula de la siguiente manera:

$$F = \frac{\text{volumen de EDTA}}{\text{volumen de ZnSO}_4}$$

6.3.6 Preparación de la muestra para los otros productos del sulfato de aluminio

6.3.6.1 Se calcula el tamaño de la muestra según la siguiente fórmula:

$$\text{gramos de muestra} = \frac{115}{\text{porcentaje total de Al}_2\text{O}_3 \text{ esperado}}$$

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. Se transfiere cuantitativamente a los vasos de precipitados de 400 cm³ y se diluye hasta cerca de 300 cm³ con agua.

6.3.6.2 Se adiciona la solución de ácido sulfúrico en la cantidad que se especifica a continuación:

1. Para productos de sulfato de aluminio que contienen no más de unas décimas de porcentaje de Al₂O₃ libre o de ácido sulfúrico libre se adicionan de (18 -20) gotas de la solución de ácido sulfúrico en el vaso de precipitados.
2. Para acidificar productos de sulfato de aluminio, se calcula la cantidad de ácido sulfúrico que debe ser adicionada como sigue:

$$\text{gotas de H}_2\text{SO}_4 = \frac{19 - (\text{g de la muestra} \times \% \text{ de H}_2\text{SO}_4 \text{ en la muestra})}{5}$$

Esta es la cantidad de ácido sulfúrico 1:1 que debe adicionarse al vaso de precipitados.

NOTA 1: El cómputo de la cantidad de ácido sulfúrico adicionado a las soluciones acidificadas de sulfato de aluminio está entre (0 y 19) gotas de solución ácida 1:1. Si el cómputo particular muestra un resultado pequeño o negativo en su valor para el número de gotas, (esto es de 1 a 3), el número de gotas que debe tomarse como referencia es 0. Si resultan 4 o más gotas se adicionan 3 gotas de la solución de NaOH 6N para cada gota de H₂SO₄ 1:1 calculado.

3. Para productos de sulfato de aluminio con valores de basicidad especialmente altos (que contienen más de unas décimas de porcentaje de Al₂O₃ libre), se calcula la cantidad de ácido sulfúrico que debe adicionarse como sigue:

$$\text{gotas de H}_2\text{SO}_4 = 19 + (A \times B \times 0,06)$$

Donde:

A = peso de la muestra, en gramos.

B = contenido de Al₂O₃ libre en la muestra, en porcentaje.

Esta es la cantidad de H_2SO_4 que debe adicionarse al vaso de precipitados.

6.3.6.3 Para muestras de alúmina seca, se agita con una varilla de vidrio y se calienta si es necesario, para disolver completamente la muestra. Se deja enfriar la solución a temperatura ambiente y se transfiere cuantitativamente a un balón aforado de 500 cm^3 . Se diluye hasta el aforo con agua.

6.3.6.4 Se toman con la pipeta $50,0\text{ cm}^3$ de la muestra y se colocan en un erlenmeyer de 500 cm^3 o en un vaso de precipitados de 400 cm^3

NOTA: La alícuota de la muestra en solución usada para la titulación contendrá de (0,110 a 0,125) g de aluminio calculado como Al_2O_3 . Si la muestra que se toma es de gran tamaño, el cambio de color puede darse al adicionar la primera gota de sulfato de cinc. En este caso el análisis se hace con una alícuota de 25 cm^3 de la solución que va a ensayarse.

6.3.6.5 Se continúa con el paso 1 del procedimiento indicado (en el apartado 6.3.7).

6.3.7 Procedimiento

6.3.7.1 Se toman con la pipeta 50 cm^3 de la solución estándar $0,05\text{ mol/L}$ de EDTA y se adicionan a la muestra que está preparada en solución. Se adicionan 25 cm^3 de la solución reguladora de acetato de amonio. Se agita suavemente y se mezcla.

6.3.7.2 Se calienta el contenido en una plancha de calentamiento lento y se continúa la ebullición por (2-3) minutos. Se enfría la solución a temperatura ambiente.

NOTA: A la muestra en solución, se le adiciona un exceso de EDTA en solución y la solución reguladora de acetato de amonio, luego la mezcla, se coloca en ebullición hasta que el aluminio forme el complejo con el EDTA. Un tiempo de ebullición de (2-3) minutos es adecuado. No se requiere un estricto control del volumen, sin embargo no se deja evaporar a sequedad la muestra.

6.3.7.3 Se adicionan de 3 a 4 gotas de la solución indicadora de anaranjado de xilenol, se titula el exceso de EDTA con la solución estándar $0,05\text{ mol/L}$ de sulfato de cinc desde una bureta de 25 cm^3 hasta que el color cambie de amarillo a rojo violeta.

6.3.7.4 Se determina el contenido total de hierro en la muestra como Fe_2O_3 usando el método descrito en el apartado 4.4.4 (Se omite este paso cuando se analiza el sulfato de aluminio libre de hierro).

6.3.8 Cálculos

$$\frac{[(\text{cm}^3 \text{ EDTA}) - (\text{cm}^3 \text{ ZnSO}_4)F] \times \text{concentración de EDTA en mol/L} \times 5,098}{\text{gramos de la muestra titulada}} =$$

porcentaje de Al_2O_3 y de Fe total expresados como Al_2O_3

NOTA 1: Los cm^3 de EDTA corregidos a 20°C , F (véase apartado 6.3.5.6)

$$\% Al_2O_3 = \% Al_2O_3 \text{ y Fe total como } Al_2O_3 - (\text{porcentaje Fe total como } Fe_2O_3 \times 0,6385)$$

NOTA 2: Quelatos de EDTA con cationes multivalentes en bases 1:1. La valencia del hierro por ejemplo, no

tiene incidencia y debe corregirse solo para el hierro total expresado como Al_2O_3 .

6.4 Determinación del contenido de hierro total soluble en agua

6.4.1 Aparatos

Espectrofotómetro

6.4.2 Reactivos

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

6.4.2.2 Solución 1:1 de ácido sulfúrico en volumen a 18 N. Se prepara mezclando cuidadosamente, mientras se agita, igual volumen de agua y ácido sulfúrico en un vaso de precipitados. Debe dejarse enfriar a temperatura ambiente (véase nota).

NOTA: Siempre debe adicionarse el ácido al agua.

6.4.2.3 Solución aproximadamente al 1 % de permanganato de potasio $KMnO_4$. Esta solución debe guardarse en frascos de vidrio de color ámbar (tiempo de vida útil: 6 meses).

6.4.2.4 Solución patrón de hierro ($1,0 \text{ mg Fe/cm}^3$).

6.4.2.5 Solución patrón de Fe ($0,10 \text{ mg Fe/cm}^3$). Se prepara por disolución de la solución patrón de $1,0 \text{ mg Fe/cm}^3$. Se agregan 10 cm^3 de la solución de H_2SO_4 1:1 por cada litro de la solución patrón.

6.4.3 Calibración

6.4.3.1 En un balón aforado de 100 cm^3 de capacidad se coloca $1,00 \text{ cm}^3$ de la solución patrón de hierro (apartado 6.4.2.5) usando una pipeta. Luego se adicionan 50 cm^3 de agua, $10,0 \text{ cm}^3$ 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 $10,0 \text{ cm}^3$ de La solución al 10 % de tiocianato de potasio y se diluye hasta la marca. Se lee en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 475 nm , dentro de los 10 min siguientes contrastando contra un blanco, el cual se prepara adicionando 10 cm^3 de La solución de KCNS, 10 cm^3 de La solución 1:1 de ácido sulfúrico en un balón aforado de 100 cm^3 y diluyendo con agua hasta la marca y mezclando.

6.4.3.2 Se repite el procedimiento utilizando $2,0 \text{ cm}^3$, $3,0 \text{ cm}^3$, $4,0 \text{ cm}^3$ y $5,0 \text{ cm}^3$ de La solución patrón de hierro ($0,10 \text{ mg/cm}^3$). Las lecturas deben efectuarse dentro de los 10 min siguientes a la preparación de las soluciones.

6.4.3.3 Si el espectrofotómetro no permite la lectura directa debe elaborarse una curva de calibración que relacione 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 en papel semilogarítmico. Es preferible deducir la ecuación a partir de la curva de calibración.

6.4.4 Procedimiento

6.4.4.1 Se pesan 10 g de sulfato de aluminio líquido con aproximación al 0,01 g, 0 5 g de sulfato de aluminio seco y se diluyen, hasta 1 L. Dentro de un balón aforado de 1000 cm³ de capacidad se adicionan 10,0 cm³ de La muestra que está en solución, 50 cm³ de agua, 10 cm³ de solución 1:1 de ácido sulfúrico, gota a gota solución del 1 % de permanganato de potasio hasta obtener un color rosado persistente. Se deja enfriar a temperatura ambiente. Se adicionan 10 cm³ de La solución de tiocianato de potasio y se diluye hasta la marca. Se efectúa la lectura en un espectrofotómetro a longitud de onda de 475 nm utilizando un blanco y efectuando la lectura dentro de los 10 min siguientes a preparación de la muestra.

6.4.4.2 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% de Fe₂O₃. Si el contenido de hierro está por 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 6.5.1.

6.5 Ion férrico

Se utiliza el procedimiento indicado para el ensayo de hierro total, excepto que no se usa el permanganato de potasio.

6.5.1 Cálculos

$$\frac{(M)(B)(C)(100)}{(w)(D)} = \text{Fe}_2\text{O}_3, \text{ en } \%$$

Donde:

M - contenido de Fe, en miligramos

B = volumen total de la solución en ensayo, dividida por la porción usada:

$$1000\text{cm}^3 / 10 \text{ cm}^3 = 100$$

C = factor de conversión de Fe a Fe₂O₃ = 1,4297.

W = peso de la muestra en gramos.

D = factor de conversión, masa de la muestra en gramos a miligramos = 1000

En consecuencia

$$\frac{(M)(100)(1429)(100)}{(W)(1000)} = \frac{M(14,297)}{W} = \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ en } \%$$

Si la ecuación es usada para convertir la absorbancia a miligramos, deberá combinarse con la ecuación anterior.

EJEMPLO:

M = 0,106 mg Fe
W = 10,02 g

$$\frac{(0,106) (14,297)}{(10,02)} = 0,15\% \text{ de Fe como Fe}_2\text{O}_3$$

6.6 Hierro ferroso

Se resta del valor obtenido para el ión férrico expresado como Fe_2O_3 (indicado en el apartado 6.5) del total de óxido de hierro (indicado en el apartado 6.4) expresado como Fe_2O_3 . Esta diferencia representa la cantidad de hierro ferroso en términos de Fe_2O_3 . Si se multiplica este resultado por 0,90 se obtiene el contenido de ión ferroso en términos de óxido ferroso (FeO).

6.7 Basicidad y/o ácido libre

6.7.1 Método directo

El método directo está basado en la descomposición de las sales de aluminio por exceso de fluoruro de potasio neutro para formar dos compuestos estables y neutros a la fenolftaleína.

6.7.2 Reactivos

6.7.2.1 Solución alcohólica al 0,1 % de fenolftaleína.

6.7.2.2 Solución de fluoruro de potasio

Se prepara disolviendo 1000 g de fluoruro de potasio puro en 1200 cm³ de agua caliente y destilada libre de CO₂ y 0,5 cm³ de fenolftaleína (véase el apartado 6.7.2.1). Luego se neutraliza con la solución de hidróxido de potasio o de ácido sulfúrico hasta que 1 cm³ de la solución en 10 cm³ de agua destilada libre de CO₂ presente un leve color rosado. Si existe materia insoluble debe filtrarse la solución sin lavar. Finalmente se diluye a 2000 cm³ con agua libre de CO₂. Debe almacenarse en envases plásticos.

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

Se estandariza el álcali contra un ácido en 40 cm³ aproximadamente de agua destilada a la cual se le han adicionado 10 cm³ de la solución de fluoruro de potasio (véase el apartado 6.7.2.2), debe adicionarse fenolftaleína como indicador (véase el apartado 6.7.2.1).

6.7.3 Procedimiento

Se usa solución de la muestra equivalente aproximadamente a 3,5 g de sulfato de aluminio seco (7,0 g aproximadamente de líquido), o disolviendo esta cantidad en aproximadamente 100 cm³ de agua destilada caliente y calentando hasta ebullición.

Se adiciona a la solución caliente 10 cm³ de solución de ácido sulfúrico 0,5 N. Se enfría a temperatura ambiente. Se adiciona de 18 cm³ a 20 cm³ de solución de fluoruro de potasio y 0,5 cm³ de solución de fenolftaleína. Se titula con solución 0,5 N de hidróxido de sodio, gota a gota, hasta que el color rosado persista durante 1 min. La titulación indica si la muestra es ácida o básica.

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

6.7.4 Cálculos

$$\text{Alúmina libre (Al}_2\text{O}_3) \text{ en \%} = \frac{(A - B) \times 0,0085}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

Donde:

A = volumen de H₂SO₄ 0,5 N, cm³

B = volumen de NaOH 0,5 N, cm³

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ libre, en \%} = \frac{(C - D) \times 0,0245}{\text{peso de la muestra}} \times 100$$

Donde:

C = volumen de NaOH 0,5 mol/L en cm³

D = volumen de H₂SO₄ 0,5 N, en cm³

6.7.5 Interpretación de resultados

La alúmina es básica si en la retrotitulación con hidróxido de sodio es menor que la cantidad de ácido sulfúrico adicionado (es decir menos de 10 cm³). Existe ácido libre si la cantidad de hidróxido de sodio utilizada en la retrotitulación es mayor que la cantidad de ácido sulfúrico adicionado (es decir mayor que 10 cm³). La muestra es neutra si la cantidad de hidróxido de sodio utilizada en la retrotitulación es igual a la cantidad de ácido sulfúrico adicionada.

6.8 Método alternativo para determinar alúmina total

Se refiere al método analítico por espectroscopia de absorción atómica.

6.8.1 Reactivos

6.8.1.1 Agua desionizada

6.8.1.2 Solución de cloruro al 25 %: disolver 125 g de cloruro de potasio (KCl) grado reactivo, en agua desionizada o destilada, en un balón volumétrico de 500 cm³ y completar a volumen.

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

6.8.1.4 Solución de referencia de aluminio, que contenga 1000 mg/L de Al.

6.8.1.5 Soluciones de referencia de aluminio, de trabajo: en una serie de balones volumétricos de 100 cm³, se adiciona mediante una pipeta (0,0, 1,0; 2,5 y 5,0) cm³ de La solución de referencia de aluminio (1000 mgAl/L) Se adiciona 2,0 cm³ de solución de KCl al 25 % y 1,0 cm³ de ácido nítrico

concentrado a cada balón Enseguida, se diluye con agua desionizada o destilada y se completa a volumen, y se mezcla. Estas soluciones de referencia tienen una concentración de (0, 10, 15 y 50)mg/L de Al, respectivamente.

6.8.2 Aparatos

6.8.2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica (AAS).

Condiciones de operación del instrumento,

Lámpara de cátodo de aluminio,

Longitud de onda: 309,3 nm,

Ancho de rejilla: 0,7 mm,

Energía de la lámpara: 15 miliamperios (mA),

Combustible: N₂O - Acetileno, oxidante (delgada, azul),

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

6.8.2.2 Balones volumétricos de varios tamaños.

6.8.2.3 Balanza analítica con precisión 0,001 g

6.8.2.4 Pipetas volumétricas de varios tamaños.

6.8.3 Procedimiento

6.8.3.1 Se prepara la muestra y se hacen diluciones si es necesario con agua desionizada o destilada, 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 cm³ de la solución anterior y se llevan a un balón volumétrico de 100 cm³.

6.8.3.2 Con una pipeta, se colocan 2,0 cm³ de La solución de KCl al 25 % y 1,0 cm³ de HNO₃ concentrado en el balón volumétrico y se complementa a volumen con agua desionizada o destilada y se mezcla. Se debe preparar un blanco, repitiendo este paso, utilizando un balón volumétrico limpio y seco.

6.8.3.3 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.

6.8.3.4 Aspire y mida la absorbancia del blanco y de una serie de soluciones de referencia de trabajo. El intervalo de concentración de las soluciones de referencia es de 0 mg/l a 50 mg/L de Al.

6.8.3.5 Aspire y mida la absorbancia de las soluciones diluidas de la muestra.

6.8.3.6 Prepare una curva de calibración, graficando la absorbancia en función de la concentración de Al, en mg/L, para las soluciones de referencia. Obtenga la concentración de Al en mg/L, en soluciones diluidas de la muestra, a partir de los valores de absorbancia y los correspondientes de concentración de la curva de calibración. Como una alternativa, se pueden ajustar los datos a una curva, utilizando una calculadora que permita realizar una regresión lineal. La concentración de la muestra puede ser leída directamente de algunos instrumentos que poseen calibración automática.

6.8.4 Cálculos

concentración en mg/L de Al en la muestra:

$$\text{mg/L de Al} = (\text{mg/L en la muestra diluida}) \times D$$

Donde:

D = es un factor de dilución apropiado

$$\text{Porcentaje de Al} = (\text{mg/L de Al}) / 10\,000$$

$$\text{Porcentaje de Al}_2\text{O}_3 = (\% \text{ Al}) \times 1,89$$

Registro de los datos:

Intervalo: 0 mg/L de Al en las soluciones aspiradas.

Precisión: la desviación en la muestra es 1,18% y fue determinada por triplicado de cuatro muestras y por un operador.

7 Declaración de conformidad del suministrador

El cliente puede solicitar al fabricante o al vendedor del sulfato de aluminio una declaración de conformidad con el suministrador en donde se establezca que el producto cumple con los requisitos de esta norma o un certificado de análisis del sulfato de aluminio. El cliente puede hacer sus propios ensayos para verificar la conformidad del producto con la norma.

Bibliografía

COPANT 1640:97 Productos químicos para uso industrial. Sulfato de aluminio.

AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION. AWWA standard for aluminum sulfate liquid, ground, or lump. Colorado. ANSI/AWWA B403-93.

CODEX de la química del agua (Natiñol academy press, 210 Constitution Avenue NW, Washington, DC 20418-1982, ed)