RESOLUCION 2314 DE 1986

(24 de febrero)

Por la cual se reglamenta el uso de productos químicos destinados al tratamiento de agua para consumo humano.

EL MINISTRO DE SALUD

en uso de sus atribuciones legales que le confiere la Ley 09 de 1979 y el Decreto No. 2105 de 1983, y

CONSIDERANDO:

Que es necesario estandarizar y unificar los procedimientos que apliquen las entidades responsables del tratamiento de las aguas para consumo humano, en lo referente a la aplicación de sustancias o elementos que coadyuven a la potabilidad del agua.

Que para tal efecto, el Ministerio de Salud, patrocinó una reunión con técnicos y experimentados profesionales responsables del tratamiento de las aguas para consumo humano, quienes representaron a las entidades encargadas del sector de varias ciudades del país.

Que después de estudiar y analizar normas existentes, tanto nacionales como internacionales y de acuerdo a las experiencias obtenidas a través del desarrollo de sus actividades, llegaron a conclusiones que permiten al Ministerio de Salud producir las normas a las cuales deben ceñirse las sustancias o elementos que se apliquen para el tratamiento de las aguas destinadas al consumo humano,

RESUELVE.

ARTICULO 1o. Las siguientes sustancias químicas a saber:

CAL VIVA
SULFATO DE ALUMINIO
CLORO HIPOCLORITOS

utilizadas para el tratamiento de aguas para consumo humano, deberán cumplir con los siguientes requisitos:

CAL VIVA

1.- CAL VIVA: Producto resultante de la calcinación de la piedra caliza. Consiste esencialmente de óxido de calcio en asociación natural con una cantidad menor de óxido de magnesio.

2.- La cal viva no debe contener sustancias minerales u orgánicas en cantidades

capaces de producir daño sobre la salud de los consumidores del agua tratada con este producto.

El productor deberá realizar análisis de metales pesados, al menos una vez al año, los cuales presentará al comprador.

3.- La cal viva debe ser de apagamiento rápido y satisfactorio y debe desintegrarse en una suspensión de material finamente dividido y sin producir cantidades objetables de material no disuelto o no apagado.

4.- La cal viva deberá cumplir con los siguientes requisitos:

Contenido de óxido de calcio disponible en 0/0 min..... 80

Material insoluble, en 0/0 máximo..... 7.0

5.- Además la cal viva deberá producir una elevación en la temperatura de 40o.C respecto a la inicial, así:

a.- En tres minutos, si es de alta reactividad y la reacción de apagado se completará en máximo 10 minutos.

b.- En seis minutos si es de reactividad media y la reacción de apagado, se completará máximo en 20 minutos.

c.- Más de seis minutos, si es de baja reactividad y la reacción de apagado, se completará en más de 20 minutos.

6.- La cal viva, además de los anteriores, deberá cumplir con los requisitos de tamaño de partícula siguientes:

a.- El 100% deberá pasar el tamiz ICONTEC 50,8 mm (2").

b.- El 100% deberá ser retenido en el tamiz ICONTEC 25,4 mm (1").

7.- toma de muestras. Las muestras deberán tomarse lo más rápidamente posible para reducir al mínimo el tiempo de contacto con el aire y deberán guardarse en recipientes herméticamente cerrados.

8.- cuando el manipuleo del material se efectúa con transportador o elevador, podrá utilizarse un muestreador mecánico teniendo cuidado en ajustar su colocación y el tiempo de muestreo con el fin de obtener una muestra representativa.

9.- Cuando el material esté empacado en furgones o camiones, deberá tomarse una cantidad mínima del 2% en masa, obtenida en 5 sacos mínimo. Los sacos individuales deberán tomarse de varios puntos de la unidad, evitando tomar muestras de los sacos rotos. El tamaño de la muestra será el indicado en los numerales 10 y 13.

10.- Cuando el material se encuentre a granel en terrón o finamente dividido

deberán tomarse como mínimo 50 kg de muestra por cada 30 toneladas de material.

11.- Para el material en terrón transportado en furgones o a granel los sitios de muestreo deberán seleccionarse uniformemente sobre la superficie de éste y por lo menos 8 de éstos puntos deberán tomarse a intervalos reguladores, la muestra se tomará a una profundidad de 1,22 metros.

12.- El material a granel finamente dividido podrá mostrarse utilizando un tubo muestreador de 1,22 m de largo y 2,54 cm de diámetro para tomar una cantidad de muestra adecuada tomando la misma en 8 puntos mínimo del total de la masa.

13.- Para el material a granel transportado en camiones, la muestra se tomará empleado una pala cuyo extremo sea de forma redonda (22,86 cm x 30,48 cm). Deberán tomarse por lo menos dos paladas extraídas de los puntos diferentes de cada camión con capacidad de 5 toneladas y cuatro paladas extraídas de cuatro puntos diferentes de cada camión con capacidad de más de 5 toneladas.

14.- cuando se trate de plantas con una capacidad de producción entre 30 y 50 toneladas semanales, se tomará una muestra semanalmente, la cual se guardará en un recipiente herméticamente cerrado de donde se extraerá la muestra para el ensayo.

15.- cuando se trate de plantas con una capacidad de producción menor de 5 toneladas, se tomará una muestra de 14,5 kg para efectuar el análisis.

16.- Una vez obtenidas las cantidades de muestra indicada anteriormente se procederá en la siguiente forma:

a).- La cantidad de muestra obtenida, según el caso, se mezcla totalmente y por lo menos 14,5 kg del material representativo de la muestra total se dividirá en tres partes. Para el ensayo de materia insoluble se triturarán 3,6 kg de la muestra hasta que pase justamente a través del tamiz ICONTEC 9,51 mm (3/8"), se mezclará bien. Cuando este ensayo no vaya a efectuarse, 3,630 kg de la muestra se triturará hasta que pase justamente a través del tamiz ICONTEC 3,36 mm (No. 6) se mezclará bien. Esta muestra se dividirá en tres partes iguales y se guardará en recipientes herméticamente cerrados de acuerdo con lo indicado en el literal b.

b).- Las tres muestras obtenidas de acuerdo con lo indicado en el literal a, deberán conservarse en recipientes herméticamente cerrados. De estas muestras una se destinará para el comprador para verificar el cumplimiento de la Norma y la restante deberá conservarse hasta tanto no se conozca el resultado del análisis de la primera muestra. En caso de discrepancia, la muestra se destinará al Ministerio de Salud o a la entidad delegada por éste, cuyo resultado será de forzosa aceptación por las partes en conflicto. Todas las muestras se rotularán para su completa identificación y deberá aparecer la firma del operario que hace el muestreo.

c.- Además el comprador tomará 1.1. kg de muestra para verificar el requisito de tamaño de partícula.

17.- Aceptación o rechazo. Si la muestra ensayada no cumple con uno o más de los requisitos indicados en esta Resolución, se rechazará el lote.

Preparación de la muestra

18.- Los ensayos deben efectuarse en los 5 días siguientes contados a partir de la fecha de recibo del cargamento. Con las muestras obtenidas de acuerdo con lo indicado en el literal b se procede de la siguiente manera: Se tritura, en el menor tiempo posible, aproximadamente 500 g de la muestra de tal forma que pase a través del tamiz ICONTEC 3,36 mm (No. 6).

19.- Puede usarse un triturador mecánico preferiblemente, o si no dispone del mismo en un mortero. La muestra así tratada se coloca en un recipiente herméticamente cerrado.

20. Se toman 50 g de la muestra y lo más rápidamente posible se pulverizan mecánicamente de tal forma que el 100% pase a través del tamiz ICONTEC 149 mm (No. 100) y se procede de acuerdo con lo indicado en el numeral 19.

21.- determinación del óxido de calcio aprovechable.

a.- solución patrón 0.1782 N de ácido clorhídrico. Se prepara una solución que contenga 15,7 cm³ de ácido clorhídrico (gravedad específica - 1,18) por cada decímetro cúbico de solución. Esta solución resulta ligeramente más concentrada que la deseada, por lo cual es necesario normalizarla con 0,85a g de carbonato de sodio puro y seco, empleando metil naranja como indicador. Cuando la solución tome una coloración rosada salmón se indica el punto final de la titulación.

b.- La normalización de la solución debe ajustarse con agua destilada libre de anhídrico carbónico o con ácido clorhídrico, según sea el caso, de tal manera que únicamente 0,85 g de carbonato de sodio neutralicen exactamente 90 cm³ de la solución patrón de ácido clorhídrico. Un centímetro cúbico de esta solución es equivalente al 1% de óxido de calcio cuando se utilizan 0,5 g de cal viva.

c.- Fenolftaleina al 5%.

d.- Agua destilada, libre de CO₂

c.- Azúcar refinada de pH neutro.

Procedimiento.

22.- Se pesan 0,5 g de la muestra obtenida según el numeral 20 y se vierten en un Erlenmeyer de 500 cm³ de agua destilada y libre de CO₂ y se tapa inmediatamente con un tapón de caucho sin ejercer presión.

23.- Se agita con ayuda de una varilla de vidrio para dispensar la muestra y se calienta hasta ebullición durante 2 minutos. Se destapa y se adicionan aproximadamente 150 cm³ de agua destilada libre de dióxido de carbono y a

temperatura ambiente.

24.- Luego se adicionan de 15 a 17 g de azúcar. Se tapa el Erlenmeyer y se agita vigorosamente a intervalos durante 5 minutos. Finalmente se deja en reposo durante 30 minutos.

25.- Se adicionan 2 gotas de fenolfaleina y se lavan el tapón y las paredes del Erlenmeyer con agua destilada libre de CO₂ y finalmente se titula con la solución patrón de ácido clorhídrico.

26.- Cuando se titula debe adicionarse el 90% del volumen de ácido clorhídrico necesario, empleado una bureta de 100 cm³ de capacidad. En caso de no conocerse este volumen, deben efectuarse ensayos previos.

27.- Luego se continúa la titulación con agitación vigorosa hasta que el color rosado desaparezca completamente y se anota el volumen de solución de ácido empleado, ignorando el retorno del color de la solución.

28.- El volumen de ácido clorhídrico empleado en la titulación representa el contenido de óxido de calcio aprovechable, en porcentaje.

Determinación de la velocidad de apagado.

29.- Agitador mecánico con una velocidad de 400 +- 50 rpm, acoplado con una varilla de agitación de acero inoxidable. La velocidad de agitación puede controlarse con un transformador de alto voltaje o con un reostato.

30.- Botella Dewar, de Pyrex de 665 cm³ de capacidad y con tapas de caucho.

31.- Soporte para el agitador con tornillo de succión para mantener firmemente la botella Dewar.

32.- Termómetro, tipo dial, que mida hasta 100o.C con divisiones cada 0,5o.C

33.- Balanza analítica.

34.- Triturador de mandíbulas o mortero de hierro.

35.- Cronómetro.

36.- Indicador de velocidad.

37.- Recipiente o cuchara con capacidad adecuada para contener 100 g de muestra.

38.- Tamiz ICONTEC 3,36 mm (No. 6) con tapa y plato.

39.- Aparato similar al indicado en las figuras 1 y 2 el cual consta de:

a). Vaso de reacción con tapa acoplado con un agitador mecánico provisto de una varilla de agitación de acero inoxidable terminado en forma circular, con el fin de facilitar la completa homogeneización. Debe disponerse de medios apropiados

para controlar y medir la velocidad de agitación.

b). El vaso debe tener una tapa con dos empaques circulares de caucho aproximadamente 0,31 cm de espesor. El primer empaque tiene una sola abertura radial para colocar la varilla de agitación y el segundo otra abertura similar para colocar el termómetro. Con el propósito de que los dos empaques queden en la posición correcta, la abertura del empaque inferior debe quedar en ángulo recto a la abertura del empaque superior con el vástago del termómetro prolongándose a través de la abertura inferior.

El anillo de sujeción de la Figura 2, indica que la distancia entre el fondo del vaso de reacción y el extremo de la varilla debe ser la misma para todos los ensayos. Esta debe ser de 6,35 mm y 9,52 mm.

Procedimiento:

40.- Se ajusta la temperatura de 500 cm³ de agua a 25o.C, luego de ésta, se toman 400 cm³ y se vierten dentro de ella botella Dewar, la temperatura del agua en la botella debe ser 25o.C + 0,5o.C. Se inicia la agitación a 400 + 50 rpm.

41.- Se pesan en el recipiente para pasar 100 g de muestra obtenida de acuerdo con lo indicado en el numeral 19, se transfiere el vaso de reacción tan rápido como sea posible cuidando que se deslice suavemente dentro del mismo. Esta operación debe efectuarse en máximo diez segundos.

42.- Se pone en funcionamiento el cronómetro y se colocan los empaques y el termómetro en su lugar. Se toma una lectura de la temperatura 30 segundos después de adicionar la muestra al vaso de reacción y se continúan tomando valores de temperatura cada 30 segundos durante 5 minutos.

43.- Luego cada minuto durante 10 minutos o hasta que después de 3 lecturas consecutivas la variación de la temperatura sea menor de 0,5o.C. Todas las lecturas deben hacerse con aproximación de 0,5o.C. Este procedimiento debe efectuarse por triplicado y los valores obtenidos en cada intervalo deben promediarse.

44.- Interpretación de resultados. El tiempo de apagado se considera como el tiempo en el cual la primera de las tres últimas lecturas fue tomada y la temperatura de este tiempo se considera como la final de reacción.

a). La elevación de temperatura a los 3 minutos se obtiene restando de la temperatura promedio de los 3 minutos la temperatura inicial.

b). La elevación total de temperatura se obtiene restando la temperatura inicial de la temperatura final promedio de la reacción.

45.- Se elabora una gráfica, tiempo contra temperatura de apagado y los resultados pueden expresarse como:

a.- Elevación de temperatura, en tres minutos.

- b.- Elevación total de temperatura.
- c.- Tiempo total de apagado activo.

Determinación de la materia insoluble.

- 46.- Agitador mecánico similar al indicado en el numeral 29 pero ajustando la velocidad a 250 - 600 rpm.
- 47.- Vaso de acero inoxidable de 600 cm³
- 48.- Soporte para sostener el agitador debe estar provisto de una abrazadera adecuada para sujetar el vaso firmemente en su lugar.
- 49.- Balanza.
- 50.- Cuchara de mínimo 125 g de capacidad.
- 51.- Triturador de mandíbula o mortero de hierro.
- 52.- Tamiz ICONTEC 9,51 mm con plato.

Procedimiento:

- 53.- El sistema de agitación es similar al utilizado para el ensayo de velocidad de apagado, a excepción del recipiente es de acero inoxidable. Se ajusta el agitador de modo que la distancia entre la varilla y el fondo del recipiente sea 1,27 cm.
- 54. Se toman 450 g de acuerdo con lo indicado en el numeral 16 a y se trituran de tal manera que el 100% pase justamente a través del tamiz ICONTEC 9,51 mm se mezcla bien y se lleva al recipiente original.
- 55. 55.- El tamiz se introduce en un horno de secado a 105o.C durante 1 hora, se deja enfriar en un desecador se pesa con aproximación al 0,1 g.
- 56.- Se toman 500 cm³ de agua y se ajusta la temperatura a 25o.C se adicionan 375 cm³ de esta agua al recipiente de agitación y se pone en marcha el aparato a 250 rpm.
- 57.- Se pesan 125 g de la muestra (numeral 54) y se introducen dentro del recipiente. En el momento en que la cal empieza a apagarse y se empiecen a desintegrar los terrones se aumenta lentamente la velocidad de agitación hasta 500 600 rpm.
- 58.- Cuando la temperatura aumente de 40 a 50o.C indica que la muestra se apaga satisfactoriamente.
- 59.- Se continúa la agitación durante 20 minutos. Se detiene el agitador y se retira el recipiente. Si la cal tiende a incrustarse en las paredes del vaso debe removerse con ayuda de una varilla de agitación.
- 60.- El contenido del vaso se pasa a través del tamiz ICONTEC 595 mm NO. 30,

lavando las porciones con agua corriente. Se enjuaga el recipiente dentro del tamiz y se lava el residuo con agua corriente. Se remueve el exceso de agua por debajo del tamiz secándolo con una toalla.

61.- Se coloca el tamiz dentro del plato y se seca a 105o.C durante 1 hora se enfría en el desecador y se pesa.

62.- Cálculos. El contenido de materia insoluble en porcentaje, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$I = \frac{M}{m} \times 100$$

m

Siendo:

I = Materia insoluble en porcentaje.

M = Masa del residuo (ver numeral 61 en gramos)

m = Masa de la muestra, tomada en gramos.

Empaque y rotulado.

63.- La cal viva ya sea molida, en terrón o guijarros, podrá transportarse a granel en camiones o furgones.

En caso de que no se trate de productos a granel podrá empacarse en sacos de 20 kg, 40 kg y 50 kg de cualquiera de los siguientes tipos, debidamente sellados o cosidos:

Sacos de papel de capas múltiples.

Sacos de papel o plástico ó

Sacos de plástico.

Sacos de otro tipo de material que permite conservar la calidad del producto en condiciones normales de almacenamiento y transporte.

64.- La masa neta de los empaques no deberá diferir con la masa anotada en el empaque en +- 1,5%. En el caso de que este requisito no se cumpla deberá efectuarse un nuevo ensayo, así: Se tomará una unidad de masa certificada sobre el 10% del envío seleccionando los paquetes al azar.

65.- En el rótulo o en la hoja que acompañe el despacho debe indicarse mínimo lo siguiente:

Marca comercial del producto, indicando su uso para tratamiento de agua potable.

Nombre del fabricante.

Identificación del lote de producción.

Contenido neto, en unidades de masa del Sistema Internacional y

Precauciones "Manténgase en un lugar seco".

SULFATO DE ALUMINIO

1.- sulfato de aluminio: producto obtenido por la reacción entre el ácido sulfúrico y un mineral rico en aluminio.

2.- Alúmina: Oxido de aluminio cuya fórmula empírica es Al_2O_3 .

3.- Sulfato de aluminio sólido: Sulfato de aluminio cristalizado con una o varias moléculas de agua.

4.- Sulfato de aluminio en solución: solución acuosa de sulfato de aluminio que cumple con los requisitos indicados en la Tabla 2.

5.- Basicidad: Cantidad de alúmina en agua, en exceso de la cantidad requerida para combinarse con el trióxido de azufre (SO_3) presente y excluyendo el combinado con otros sulfatos.

6.- Acidez libre: cantidad de ácido sulfúrico remanente después de haber reaccionado con la alúmina y demás compuestos presentes en la materia prima. El sulfato de aluminio se clasifica, de acuerdo con su forma de presentación así:

7.- sulfato de aluminio en terrones: Aquel cuyo tamaño de partícula cumple con los requisitos indicados en el numeral 15.

8.- Sulfato de aluminio granulado: Aquel que generalmente se utiliza para dosificadores en seco y cuyo tamaño de partícula cumple con los requisitos indicados en el numeral 15.

9.- Sulfato de aluminio en polvo: El sólido cuyo tamaño de partícula cumple con los requisitos indicados en el numeral 15. El sulfato de aluminio se clasifica, de acuerdo con su contenido de alúmina, de la siguiente manera:

10.- Sulfato de aluminio en solución.

11.- Sulfato de aluminio Tipo A: El sólido con un contenido de alúmina soluble en agua mínimo del 17.0% y con un contenido de material insoluble en agua máximo del 0.5%.

12.- Sulfato de aluminio tipo B: El sólido con un contenido de alúmina soluble en agua mínimo del 15,0% y con un contenido de materia insoluble en agua máximo del 10,0%.

CONDICIONES GENERALES.

13.- El sulfato de aluminio puede ser de color oscuro o blanco, según las materias primas empleadas, los activadores que se le adicionen y los procesos de fabricación.

14.- El sulfato de aluminio no debe contener minerales solubles o sustancias en cantidades capaces de producir deterioro o efectos perjudiciales en la salud o en la calidad del agua.

El productor deberá realizar análisis de metales pesados, al menos una vez al año a su producción.

REQUISITOS:

15.- El sulfato de aluminio deberá cumplir con los requisitos indicados en tablas 1 y 2.

TOMA DE MUESTRAS Y RECEPCION DEL PRODUCTO

Toma de muestras: el muestreo se hará en el sitio. Se tomará la muestra como se indica a continuación y se dividirá en tres porciones para proceder como se indica en el numeral 19.

16.- cuando el sulfato de aluminio se encuentre en terrones o en forma granular o en polvo se procederá en la siguiente forma:

a.- Empacado: Si el sulfato de aluminio se suministra en sacos o bultos, se tomará al azar el 5% de ellos. Se extraerán las muestras utilizando un tubo sacamuestras que tenga un diámetro interior de mínimo 20 mm. No deberán escogerse sacos o bultos rotos.

b.- A granel. Si el sulfato en terrones se suministra a granel, se seleccionarán como mínimo 10 puntos distribuidos regularmente en el cargamento y se tomarán por lo menos 3.500 g de cada punto. Se tendrá cuidado en escoger material grueso y fino en las mismas proporciones.

Si el sulfato de aluminio en forma granular o en polvo se suministra a granel, se tomarán las muestras utilizando un tubo sacamuestras que tenga un diámetro interior de mínimo 20 mm.-

c.- La muestra total, de 25 kg a 35 kg, se triturará si es necesario, se mezclará completamente y se dividirá por cuarteo hasta obtener tres muestras cada una de 500 g aproximadamente, las cuales deberán colocarse dentro de recipientes de vidrio sellados herméticamente y a prueba de humedad. Dichos recipientes deberán marcarse y rotularse y los rótulos llevarán la firma de la persona que tomó las muestras.

17.- Cuando el sulfato de aluminio se encuentre en solución, se procederá así:

Cuando se esté descargando el líquido se tomarán cinco muestras de volúmenes iguales a intervalos iguales de tiempo; la muestra total deberá ser

aproximadamente de 2 dm³.

La muestra total se mezclará completamente y se tomarán tres muestras cada una de 500 cm³, las cuales se colocarán dentro de recipientes de vidrio sellado herméticamente y a prueba de humedad. Dichos recipientes deberán marcarse y rotularse y los rótulos llevarán la firma de la persona que tomó las muestras.

18.- Elección de muestras en el laboratorio. El examen de laboratorio de la muestra, se hará dentro de los cinco (59 días hábiles, a partir de la fecha de recibo de la muestra.

a.- Una de las muestras de 500 g (Ver numeral 16 c), se dividirá por cuarteo hasta obtener aproximadamente 100 g, los cuales deberán triturarse por medio de un molino mecánico, o en su defecto, con un mortero de mano, hasta que el material pase por el tamiz ICONTEC 595 m. No. 30. Este material se colocará en un recipiente sellado herméticamente, del cual se sacarán las cantidades necesarias para los ensayos y se pesarán los más rápidamente posible para evitar cambios en el contenido de la humedad.

b.- De una de las muestras de 500 cm³ se extraerá con una pipeta un volumen exacto, el cual se colocará dentro de una botella tarada y se pesará.

Un cm³ de solución de sulfato de aluminio, con base en un contenido dl 8% de óxido de aluminio, pesa 1,316 g.

Como la relación entre el sulfato de aluminio sólido es alrededor del 50%, la masa de la muestra líquida deberá ser el doble de la muestra seca. La cantidad aproximada de alúmina presente en la solución se obtendrá midiendo la densidad relativa con un hidrómetro de precisión a una temperatura conocida. En diferentes marcas de hidrómetro puede haber variaciones por lo tanto debe utilizarse una tabla en que se indique el porcentaje de alúmina para diferentes lecturas de densidad relativa, según el hidrómetro usado.

TABLA 1- TAMAÑO DE PARTICULA

Forma de.....Presentación.....	Porcentaje.....que pasa %	Tamiz ICONTEC
En terrones.....	100.....	86.1 mm
.....	25 min.....	12,7 mm
Granulado.....	10 max.....	0.15 mm (No. 100)
.....	100.....	4,76 mm (No. 4)
En polvo.....	100.....	2,00 mm (No. 10)

TABLA 2. Características del Sulfato de Aluminio.

Características	Porcentajes
	Tipo A. Tipo B. En solución

Alúmina soluble total, expresada
como Al₂O₃ mínimo..... 17,0.... 15,0..... 8,0

Hierro soluble total, expresado
como Fe₂O₃ máximo..... 1,0..... 1,5.....0,5

Materias insolubles en agua, max..... 0,50... 10,0.....0,20

Basicidad expresada como Al₂O₃ min..... 0.05.....0,05..... 0,025

ACEPTACION O RECHAZO

19.- Si la muestra analizada por el comprador no cumple con uno de los requisitos de esta Norma, éste notificará al vendedor dentro de los quince (15) días hábiles, a partir de la fecha del recibo del material, de los requisitos no cumplidos y rechazará en forma provisional el pedido representado por dicha muestra.

20.- El rechazo del pedido se hará efectivo a menos que el vendedor notifique al comprador, dentro de los diez (10) días hábiles a partir de la notificación de rechazo, que él desea que realicen nuevamente los ensayos. El comprador le facilitará una de las muestras selladas indicadas en los numerales 16 c a 16 b, según el caso.

21.- Si los resultados obtenidos en los ensayos llevados a cabo por el vendedor, no están de acuerdo con los obtenidos por el comprador, se enviará la tercera muestra sellada a un laboratorio, acordado previamente entre las partes interesadas. Los resultados de este tercer análisis se aceptarán como definitivos.

ENSAYOS

DETERMINACION DEL CONTENIDO DE MATERIA INSOLUBLE

22.- Procedimiento.

a.- De la muestra reservada para análisis, se toman 5,0 g si se trata de sulfato de aluminio tipo B, ó 10 g cuando se trata de sulfato de aluminio tipo A, ó 20 g cuando se trata de sulfato de aluminio en solución y se disuelve en 150 cm³ de agua destilada caliente.

b.- Se prepara el crisol Gooch y se seca en una estufa de 110o.C hasta obtener masa constante. Se agita la solución de la muestra durante 10 min, y se filtra a través del crisol.

c.- Se lava el residuo con agua destilada caliente, dejando escurrir completamente el agua de lavado. Esta operación se repite por lo menos diez veces o hasta cuando el residuo quede exento de sulfatos.

d.- Se seca el crisol con el residuo en una estufa a 110o.C hasta obtener masa constante.

23.- Cálculos: El contenido de materia insoluble se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$Mi = \frac{a - b}{m} \times 100$$

m

Siendo Mi = Contenido de materia insoluble, en %

a = Masa del crisol más el residuo seco, en g

b = Masa del crisol seco, en g

m = Masa de la muestra, en g.

DETERMINACION DEL CONTENIDO DE ALUMINA Y ALUMINIO TOTAL SOLUBLE EN AGUA

24.- Reactivos:

Acido clorhídrico concentrado, Acido nítrico concentrado, solución acuosa 1: 1 de hidróxido de amonio, indicador de rojo de metilo. Se prepara disolviendo 1 g de rojo de metilo en 500 cm³ de alcohol etílico de 95o. (v/v), Solución de lavado. Se prepara disolviendo 20 g de cloruro de amonio en 1 dm³ de agua destilada y Cloruro de amonio sólido, o una solución con una concentración mínima del 20%.

25.- Procedimiento::

a.- El filtrado, obtenido en el numeral 22, se transfiere a un matraz aforado de 1 dm³, se enfría a temperatura ambiente, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla completamente. Luego se toman dos porciones, cada una equivalente a 0,5 g de sulfato de aluminio seco o a 1 g de solución de sulfato de aluminio; se colocan en vasos de precipitados de 400 cm³ y se diluyen con agua destilada hasta 200 cm³ aproximadamente.

b.- Se agrega 5 g de cloruro de amonio sólido o el volumen de solución equivalente y se agita hasta disolución. Enseguida se agregan 2 cm³ de ácido clorhídrico concentrado, 4 gotas de ácido concentrado y se hierve lentamente por algunos min, para oxidar el hierro.

c.- A cada muestra se agregan 3 gotas del indicador rojo de metilo y luego lentamente solución de hidróxido de amonio, agitando la muestra hasta que empiece a formarse el precipitado. Se continúa la adición del hidróxido, gota a gota, hasta que aparezca el color amarillo.

d.- Se hieren las muestras durante 1 min, o hasta que el color comience a virar hacia el rosado pálido. No debe prolongarse la ebullición por más tiempo pues el precipitado se hace gelatinoso y se dificulta la filtración.

e.- Se filtra inmediatamente a través de embudos provistos de papel de filtro cuantitativo, tipo No. 41 o su equivalente, manteniendo el embudo casi lleno para acelerar el procedimiento, con la solución de lavado caliente (numeral 24) se pasa todo el precipitado de los vasos a los filtros. Se lava cuando el precipitado quede exento de sulfato. Si es necesario, se guarda el filtrado para posibles determinaciones de otros sulfatos.

f.- el papel de filtro con el residuo, se coloca en un crisol de platino previamente tarado. Se calienta sobre un mechero corriente, empezando con una llama muy débil y aumentándola gradualmente durante 1 hora hasta llegar al máximo. Después de quemar todo el carbón, se calcina sobre un mechero o se coloca en una mufla a 1.000o.C durante 1 h. Se deja enfriar en un desecador y se pesa lo más rápidamente posible.

g.- Se calcina nuevamente en la mufla a 1.000o.C, durante 5 min. Después se deja enfriar en un desecador y se vuelve a pesar. Se repite sucesivamente las operaciones de calcinación, enfriamiento y pesada hasta obtener masa constante.

h.- La masa del residuo calcinado representa el peso total de los óxidos de aluminio y hierro y se obtiene restando de la masa constante encontrada, la masa del crisol vacío.

26.- Cálculos.

El contenido total de alúmina se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$C = \frac{a - b}{m} \times 100$$

m

Siendo:

C = Contenido de alúmina, en %.

A = Masa del residuo calcinado (Ver numerales 25 h) y g.

b = Masa total, de hierro soluble, expresado como Fe₂O₃ determinado según el numeral 27 en g.

m = Masa de la muestra, en g

el contenido de alúmina expresado como aluminio, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$D = 0,53 C$$

Siendo:

D = Contenido de aluminio, en %

DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HIERRO TOTAL SOLUBLE EN AGUA

27.- Método A:

a.- Reactivos:

Solución de cloruro estannoso. Se prepara disolviendo 0,3 g de cloruro estannoso, reactivo analítico, en 1 cm³ de ácido clorhídrico concentrado y agregando 2,5 cm³ de agua destilada y 4 cm³ de una solución de 1:1 de ácido clorhídrico y solución al 5% de cloruro mercúrico.

28.- Procedimiento:

a.- Se toma una alícuota equivalente a 0,5 g de muestra, previamente del filtrado obtenido en el numeral 22, se adiciona una gota de la solución de cloruro estannoso y se agita durante 2 min. Luego se agregan 10 cm³ de la solución de cloruro mercúrico y se agita durante 2 min.

b.- A esta solución se adicionan 0.7 cm³ de ácido fosfórico al 25% y 4 gotas de difenilamina sulfato de bario.

c.- La solución se titula con solución 0,1 N exactamente valorada de dicromato de potasio hasta que tome una coloración violenta.

d.- Paralelamente se elabora un blanco.

e.- Luego se procede de acuerdo con lo indicado en los numerales 30 párrafo e y 31.

29.- Método B.

Reactivos:

Solución de ácido sulfúrico, exento de hierro, diluida 1 con agua destilada, solución al 25% de ácido fosfórico, solución al 0,4% de difenilamina - sulfonato de bario en agua destilada, Solución 0,1 N de dicromato de potasio. Se prepara disolviendo en 1 dm³ de agua destilada 4,903 g de dicromato de potasio para análisis, previamente secado en estufa a 140o.C durante 1 h. Se titula la solución contra el sulfato ferroso amónico, empleando el método de reducción indicado en el numeral 30 párrafos a y b. Alternativamente pueden emplearse para la valoración limaduras de hierro puro y cinc granulado, n.a.

30.- Procedimiento:

a.- Se disuelven 10 g de la muestra sólida, o 20 g de la muestra líquida, en aproximadamente 100 cm³ de agua destilada caliente. Se agita durante algunos min y se digiere durante 30 min sobre una estufa a una temperatura justamente por debajo del punto de ebullición de la solución.

Se filtra a través de un papel de filtro tipo Whatman No. 42 o su equivalente y se recoge el filtrado en un Erlenmeyer de 250 cm³ de capacidad. Se lava el residuo

con agua destilada caliente, repitiendo el lavado hasta cuando el residuo quede exento de sulfatos.

b.- Se deja la solución en reposo durante varias horas y empleando el método de la reducción por medio de cinc se continúa en la forma siguiente:

A la solución del Erlenmeyer se añade 1 g de cinc granulado, 20 cm³ de la solución de ácido sulfúrico, se cierra la boca del matraz con una válvula y se calienta suavemente de forma que el cinc se disuelva en un período no inferior a 25 min. Una vez disuelto el cinc, se hierve la solución durante 5 min y se enfría a temperatura ambiente con la válvula colocada en su sitio.

Se lava la válvula con agua destilada, se agregan 30 cm³ de solución de ácido fosfórico al 25% y de 7 a 10 gotas del indicador de difenilamina sulfonato de bario. El volumen total de la solución en este momento, debe estar comprendido entre 150 cm³ y 200 cm³.

c.- Se titula con solución, 0,1 N de dicromato de potasio (Ver numeral 29 a). Cerca al punto final, el color verde de la solución se transforma en un verde azulado, o en presencia de grandes cantidades de hierro, en un azul grisáceo. En este punto se continúa la titulación agregando la solución de dicromato, gota a gota, hasta que el color cambie a violeta azulado intenso.

d.- Paralelamente se elabora un blanco con los mismos reactivos y en iguales proporciones.

e). Del volumen del dicromato gastado en el ensayo, se resta el consumido en el ensayo en blanco, más 0,05 cm³ (corrección por indicador). Este es el que se utiliza para el cálculo.

31.- Cálculos.

El contenido de hierro total en agua, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$H = v \times 0,5584$$

m

Siendo H = contenido de hierro soluble en agua como Fe₂O₃ en %. Calcular el factor gravimétrico.

V = Volumen neto de solución 0,1 N de dicromato de potasio K₂Cr₂O₇) (numeral 30 parágrafo e, en cm³.

M = Masa de la muestra, en g.

Las sustancias orgánicas, el cinc, aluminio, manganeso, níquel, cobalto y cromo no interfieren los resultados. El cobre en cantidad mayor de 1 mg produce resultados bajo. El arsénico trivalente produce resultados elevados.

32.- Método C.

Aparatos:

Espectrofotómetro. Para usar con longitud de onda de 460 nm o electrofotómetro, para usar con un filtro No. 525-B.

33.- Reactivos:

solución al 20% de ácido sulfúrico. Solución 0,05 N de permanganato de potasio, Sulfato ferroso amónico $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y solución 1 N de tiocianato de potasio, (KSCN) o tiocianato de amonio NH_4SCN o tiocianato de amonio NH_4SCN .

34. Procedimiento:

35. a.- Se prepara una solución al 1% de sulfato de aluminio, se filtra hasta obtener una solución cristalina, se toma una alícuota de 1 cm³ en un matraz aforado de 100 cm³, se le agregan 10 cm³ de la solución de ácido sulfúrico y luego, 1 gota de solución 0,05 N de permanganato de potasio para oxidar el hierro, hasta que la solución tome una coloración ligeramente rosada; se agrega agua hasta completar aproximadamente 60 cm³ y se adicionan 10 cm³ de solución 1 N de tiocianato de potasio o de amonio y se enrasa con agua. Se agita bien y se hace la lectura en el aparato a los 5 min, exactamente. Con esta lectura se determina la cantidad de hierro leyendo en la curva de calibración.

b.- Preparación de la curva de calibración. Se pesan 7,2149 g de sulfato ferroso amónico, equivalente a 1 g de hierro se disuelven en 20 cm³ de la solución de ácido sulfúrico, se transfieren cuantitativamente a un matraz aforado de 1 dm³ y se enrasa con agua. A partir de esta solución, se preparan patrones que contengan respectivamente 0,3; 1,0; 5; 2 y 3 g.

Estos patrones se preparan colocando en matraces aforados, el volumen de la solución de hierro para producir las concentraciones anteriores y tratándolos en la misma forma que se trató la solución de sulfato de aluminio. (Ver numeral 32).

c.- Se lee la transmitancia de cada una de las soluciones anteriores, a los 5 min exactos de haberlas preparado. Con estos datos se hace una curva de calibración indicando en las abscisas la concentración y en las ordenadas la transmitancia en un papel semilogarítmico, o la absorbancia contra concentración de hierro en mg por cm³ en papel milimetrado.

35.- Cálculos.

El contenido total de hierro soluble en agua, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$H_1 = P_1$$

$$\text{-----} 100$$

$$P$$

Siendo

H1 = Contenido total de hierro, en %.

P1 = Concentración de hierro en la solución de sulfato de aluminio leída en el gráfico, en mg por cm³.

P = Concentración de la solución de sulfato de aluminio usado, en mg por cm³.

La solución a la cual se le va a hacer la lectura debe estar completamente transparente, de lo contrario el resultado es erróneo.

DETERMINACIÓN DE LA BASICIDAD Y ACIDEZ LIBRE.

36.- Principio del método. El método se fundamenta en la descomposición de las sales de aluminio por exceso de fluoruro de potasio neutro para formar dos compuestos estables neutros a la fenoltaleína, mientras que cualquier ácido libre presente en la muestra permanece inalterado.

37.- Reactivos:

Solución alcohólica al 0.1% de fenoltalcina, Solución 0,5 N de ácido sulfúrico, Solución 0,5 N de hidróxido de potasio o de sodio. Solución de fluoruro de potasio. Se disuelven 1000 g de fluoruro de potasio puro en 1.200 cm³ de agua destilada caliente, exenta de anhídrido carbónico y se agregan 0,5 cm³ de solución alcohólica de fenoltaleína, se neutraliza con hidróxido de potasio, ácido sulfúrico o ácido fluorhídrico, según sea necesario, hasta cuando 1 cm³ de solución en 10 cm³ de agua destilada de exenta de anhídrido carbónico, muestre un color rosado débil. Se filtre para retener cualquier materia insoluble y sin lavar, se diluye hasta 2 dm³ con agua exenta de anhídrido carbónico. Si la solución se desea guardar por largo tiempo, debe mantenerse en una botella de plástico o en una botella recubierta interiormente con parafina.

Con el objeto de comprobar la normalidad de la solución de hidróxido de potasio y partiendo de la solución 0,5 N de ácido sulfúrico, se efectúa la siguiente titulación: se normaliza el álcali contra el ácido en aproximadamente 40 cm³ de agua destilada a la cual se agregan previamente 10 cm³ de solución de fluoruro de potasio empleando fenoltaleína como indicador.

38.- Procedimiento

a.- Se disuelven 3,5 g de la muestra de sulfato de aluminio sólido o 7,0 g de la solución, en 100 cm³ de agua destilada y se calienta hasta ebullición o se filtra y se agregan a la solución caliente, 10 cm³ de la solución 0,5 N de ácido sulfúrico y se enfría a temperatura ambiente.

b.- Se agregan de 18 cm³ a 20 cm³ de solución de fluoruro de potasio y 0,5 cm³ de solución de fenoltaleína. Se titula con la solución de 0,5 N de hidróxido de sodio o de potasio gota a gota, hasta que un color rosado débil persista durante 1 minuto. La titulación indica si la muestra es básica o ácida.

c.- Si durante la titulación con hidróxido de sodio o de potasio, 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. Este fenómeno se puede presentar en sulfatos de aluminio con alto contenido de hierro.

39.- cálculos.

a.- Basicidad libre. Se comprueba su presencia cuando el volumen de hidróxido de sodio o de potasio utilizado en la titulación es menor que el del ácido sulfúrico. Se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$B = \frac{V1 - V2}{m} \times 0.85$$

Siendo:

B = Basicidad libre, expresada como alúmina (Al₂O₃), en %.

V1 = Volumen de la solución 0,5 N de ácido sulfúrico agregado, en cm³.

V2 = Volumen de la solución 0,5 N de hidróxido de potasio o de sodio, empleando en la titulación, en cm³.

M = Masa de la muestra, en g.

b.- Acidez libre. Se comprueba su presencia cuando el volumen de hidróxido de sodio o de potasio utilizado en la titulación es mayor que el ácido sulfúrico agregado. Se calcula mediante la siguiente ecuación

$$A = \frac{V2 - V1}{m} \times 2.45$$

Siendo:

A = Acidez libre, expresada como ácido sulfúrico en %.

V2 = Volumen de la solución 0,5 N de hidróxido de sodio o de potasio, empleado en la titulación, en cm³.

V1 = Volumen de la solución 0,5 N de ácido sulfúrico agregado, en cm³.

M = Masa de la muestra, en g.

c.- Neutralidad. Se comprueba cuando el volumen de hidróxido de sodio o de potasio gastados en la titulación que el del ácido sulfúrico agregado.

EMPAQUE Y ROTULADO

40.- El sulfato de aluminio en terrones, granulado o en polvo se despachará en sacos o talegos de papel Kraft con un mínimo de cuatro capas, o su equivalente, en sacos de yute o de plástico debidamente cosidos, o en tambores, canecas o barriles. En todos los casos, el empaque utilizado deberá garantizar el fácil manejo y la conservación del producto. Cuando se transporte a granel, se deberá utilizar un vehículo acondicionado adecuadamente.

41.- El sulfato de aluminio en solución se despachará en tanques y camiones tanque de acero inoxidable, o cualquier otro material que sea inerte a la acción del líquido.

42.- cuando el sulfato de aluminio en solución, se expendan en pequeñas cantidades, el tamaño y la clase del recipiente se fijará por acuerdo mutuo entre comprador y vendedor.

43.- Los tanques y camiones-tanques deberán ser inspeccionados cuidadosamente por el vendedor, antes de cargar el producto, para asegurar que están exentos de contaminación.

44.- En el rótulo deberán aparecer la siguientes indicaciones:

a.- Sulfato de aluminio sólido tipo A o B, o sulfato de aluminio en solución, según sea el caso.

b.- Masa neta, en unidades del sistema Internacional.

c.- Nombre y domicilio del fabricante, o marca de fábrica si existe.

d.- En las entregas a granel, las indicaciones del rótulo deberán ir indicadas en la planilla de remisión.

PRECAUCIONES:

Cuando se maneje el sulfato de aluminio sólido, deberán usarse máscaras y guantes protectores.

Cuando se manejen soluciones de sulfato de aluminio, deberán usarse protectores para la cara, guantes, botas y delantales.

El material deberá almacenarse en sitios limpios y secos. No es recomendable colocar el producto directamente sobre el piso, para tal efecto se dejarán soportes adecuados que permitan la ventilación.

No deberá mezclarse alumbre seco y cal viva, por cuanto pueden generar calor y explotar si se comprimen.

CLORO LIQUIDO

1.- Cloro líquidos: elemento proveniente de la licuación del cloro gaseoso.

CONDICIONES GENERALES.

2.- En estado líquido el cloro debe ser de color ámbar y ejercer una presión de vapor que varíe entre 0 Pa a - 33, 7o.C hasta aproximadamente 0,213 Pa a 37, 7o.C.

3.- El cloro en estado líquido debe suministrarse en cilindros con capacidad de 68 kg, en tanques de 900 kg y 1.000 kgrs, o en camiones tanques con capacidad no mayor de 20 toneladas, los cuales deben construirse, condicionarse, mantenerse, transportarse, manipularse y cargarse de acuerdo con las normas D.P.T. de los Estados Unidos de América o normas similares.

4.- Los cilindros que contienen el cloro deben ser de acero, no deben ser soldados ni presentar escapes, filtraciones, daños o corrosión y deben estar protegidos con dispositivos apropiados que garanticen seguridad absoluta.

5.- El cloro en estado líquido debe tener una densidad relativa de 1,5 con respecto al agua y una presión de vapor cercana a 0,128 Pa a temperatura ambiente.

6.- La presión dentro de los cilindros, tanques y camiones - tanques, debe ser inferior a la presión de vapor del cloro líquido a temperatura ambiente.

7.- El cloro tendrá una pureza mínima del 99.5% en volumen la cual se determinará de acuerdo con lo indicado en el numeral 13.

TOMA DE MUESTRAS Y RECEPCION DEL PRODUCTO

8.- El cloro no tendrá una concentración mayor de 5 mg/1 de tricloruro de nitrógeno.

9.- El proveedor deberá entregar a las entidades consumidoras, un análisis mensual sobre el contenido del cloro, tricloruro de nitrógeno, cloruro ferrico; ácido sulfúrico, humedad y metales pesados.

10.- La toma de muestras se efectuará por extracción del cloro en estado líquido volteando el cilindro o utilizando manguera para los tanques y camiones tanques, luego se pasará a través de un serpentín de re-evaporación apropiado para obtener la muestra que se analizará de acuerdo con lo indicado en el numeral 12. El muestreo se llevará a cabo en la fecha acordada por el comprador y el vendedor teniendo en cuenta el programa de fabricación de acuerdo con lo indicado en los numerales 11 a y 11 c.

11.- el número de muestras que se tomará para el análisis, dependerá del recipiente en que se despache el producto y se hará por triplicado.

a.- Cilindros: Se tomarán muestras al azar del 3% de los cilindros del pedido y en ningún caso de menos de dos de éstos.

b.- Tanques. Se tomará una muestra de cada tanque.

c.- Camión tanque. Carro con unidad: Se tomará una muestra. Carro con varias unidades: se tomará una muestra al azar por lo menos de cada camión tanque.

12.- Si la muestra ensayada no cumple con uno o más de los requisitos indicados en esta Norma se considerará no clasificada. En caso de discrepancia se repetirán los ensayos sobre la muestra reservada para tales efectos. Cualquier resultado no satisfactorio en este segundo caso, será motivo para rechazar el lote.

ENSAYOS

13.- Determinación del contenido del cloro puro.

El aparato empleado en el ensayo debe instalarse como se indica en la Figura 1 y está constituido por:

<NOTA: Ver Figura en el original impreso de esta Resolución>.

a).- Bureta con capacidad de 1.0 cm³ y 30 cm de separación entre las llaves de paso. Los tubos superiores deben tener una longitud recta de 4,5 cm y el inferior 7,5 cm; además debe estar doblado 90º en la mitad.

Los tubos deben tener un diámetro interno de 0,3 cm, las llaves de paso 0,2 cm, el cuello de la bureta debe tener paredes gruesas con un diámetro interno de 5 mm con una capacidad de 1 cm³ y estará dividido cada 0,2 cm³ y numerado cada 0,10 cm, las marcas de las divisiones deben abarcar la mitad de la circunferencia y la de los numerados toda la circunferencia.

b). filtro. Consiste en un niple de hierro fundido, de 15 cm. De longitud y de 0,6 cm de diámetro interno, relleno con lana de vidrio.

c). válvula. Esta debe tener un tubo de cobre con un diámetro interno de 0,6 mm y debe extenderse hasta la base de la bureta y acoplarse a una de las salidas inferiores por medio de una unión de caucho.

d). Botella de nivelación. Esta debe ir conectada a la otra salida de la bureta por medio de un tubo de caucho pesado, de 60 cm de longitud.

e). Dispositivo con agua para controlar el flujo de cloro.

f).- Balde con solución de soda cáustica para absorber el gas cloro que viene del dispositivo de control.

g). Todas las conexiones deben ser herméticas y tanto la bureta como el resto del aparato deben limpiarse y secarse cuidadosamente antes de efectuar el ensayo.

14.- Reactivos:

Mezcla de alcoholes etílico y metílico (10) y benceno r. a.

15.- preparación de la bureta:

Las llaves de paso se cubren con una capa delgada y uniforme de grasa

resistente al cloro. Se conecta la botella de nivelación al tubo de la llave de paso B y se llena con mercurio seco y limpio.

Se abre momentáneamente la llave de paso B y se permite la entrada de un poco de mercurio a la bureta.

La botella de nivelación se sube y se baja varias veces para desalojar todas las burbujas de aire que se encuentran en el tubo.

Se vierte el mercurio de la bureta a un vaso de precipitados a través de la llave de paso A y se conecta a la salida de ésta una segunda botella de nivelación. Luego se limpia la bureta minuciosamente por inundación, primero con la mezcla de alcoholes y luego con benceno.

Se desconecta la segunda botella de nivelación, luego se seca la bureta con aire limpio y seco y se conecta al sistema.

16.- procedimiento.

Se conecta el aparato al espécimen de la forma indicada en la Figura 1, cuidado que la válvula y las llaves de paso B y C estén cerradas y las llaves A y D estén abiertas.

Se abre la válvula C y lentamente para permitir que el gas evaporado pase a través del sistema al frasco E con una velocidad de 10 burbujas por segundo. A esta velocidad de flujo la operación de purga se completa en 15 minutos y la bureta queda totalmente llena con la muestra de gas cloro. Se cierran rápidamente los pasos en las diferentes llaves en la forma siguiente: La llave A, la válvula C y la llave D. Posteriormente se desconecta la bureta de la válvula y del dispositivo de control removiendo los tubos de la salida, luego se dejan en reposo durante 10 minutos a temperatura ambiente.

Luego se abre y se cierra rápidamente la llave de paso C para que la muestra alcance la presión atmosférica. Se desmonta la bureta del soporte y se abre la llave de paso B para permitir que el mercurio de la botella de nivelación entre en la bureta.

Se mantiene el gas a una pequeña presión manteniendo el nivel del mercurio de la botella de nivelación a unos 5 cm u 8 cm, por encima del nivel del mercurio en la bureta. Se sacude la bureta suave pero constantemente para que la superficie fresca del mercurio se exponga al cloro, teniendo cuidado de que el mercurio no entre al cuello calibrado hasta que se llene el cuerpo de la bureta.

Se coloca la bureta en el soporte y se ajusta la botella de nivelación de tal manera que la superficie del mercurio quede al mismo nivel tanto en la botella como en el cuello calibrado de la bureta.

Se mantiene un movimiento suave del mercurio dentro de la bureta presionando con los dos dedos el tubo de caucho. Si durante 10 minutos no se presenta un cambio en la altura del Se mantiene un movimiento suave del mercurio dentro de

la bureta presionando con los dos dedos el tubo de caucho. Si durante 10 minutos no se presenta un cambio en la altura del mercurio en el cuello calibrado, se colocan las superficies del mercurio en la botella y en la bureta al mismo nivel. Finalmente se lee y se anota con exactitud el volumen de gas residual.

17.- Interpretación de los resultados. El contenido de cloro puro, en porcentaje, se calcula mediante la siguiente ecuación:

cloro puro (%) = 100 - gas residual, en centímetros cúbicos.

ENVASE

18. El cloro líquido se suministrará en recipientes apropiados

19. PRECAUCIONES

19.- En los lugares en donde se hagan instalaciones de cloro, deberán tenerse en cuenta las siguientes:

Las instalaciones y los depósitos de cloro se harán preferiblemente en áreas secas, frescas y bien ventiladas.

En recintos cerrados se instalará un extractor de gas en un sitio alto para evacuar el cloro cuando se presente un escape. El interruptor del extractor se ubicará fuera del recinto. Para la detección de escapes ligeros de cloro, cerca del cilindro que contiene el gas, se destapará un frasco que contenga amoníaco. Si se presentan nubes blancas en la atmósfera, se comprobará la presencia del gas cloro. Inmediatamente se perciba un escape de cloro se pondrá en funcionamiento el extractor de gas, se retirarán todas las personas del área afectada y se llamará a un técnico quien hará la reparación con máscara y equipo especial.

Todas las personas que trabajen con cloro, deberán tener equipo apropiado (máscara y anteojos).

En caso de incendio se retirarán los cilindros, pues aunque el cloro en estado líquido o gaseoso no es explosivo ni inflamable si ayuda a mantener la combustión. En caso de no poder retirar los cilindros, éstos se mantendrán frescos mediante aplicación de agua pero siempre y cuando no haya escapes de cloro.

Por ningún motivo se aplicará agua a los cilindros cuando haya escapes, pues el cloro en un ambiente húmedo es altamente corrosivo.

Se tendrá especial cuidado en el transporte de recipientes que contienen cloro líquido; si se llegase a notar que hay escapes se continuará la marcha hasta llegar a una área despoblada.

Se tendrá especial cuidado en no hacer contacto con el cloro líquido, pues es irritante a la piel, produce quemaduras, causa daños graves en los ojos y su ingestión envenena el organismo.

Siempre que se manejen o transporten cilindros con cloro, la tapa protectora de la

válvula deberá estar en su sitio y debidamente ajustada.

HIPOCLORITOS

CONDICIONES GENERALES

1.- El hipoclorito de calcio se presenta en forma de polvo granular de color blanco o blanco amarillento, cuya densidad esté entre 0,51 y 0,8 g/cm³ y en forma de gránulos o tabletas. Debe estar libre de terrones, basura o material extraño.

2.- el hipoclorito de sodio se presenta comercialmente como un líquido claro, ligeramente amarillo cuya densidad debe ser de 1,2 g/cm³.

REQUISITOS.

3.-El hipoclorito de calcio en sus diferentes formas, deberá tener un contenido de cloro disponible no menor del 65% cuando se ensaya según el numeral 10.

4.- El hipoclorito de sodio líquido deberá cumplir con los siguientes requisitos:

a.- La solución no deberá contener más del 0,45% de material insoluble, cuando se ensaya según el numeral 15.

b.- el contenido de cloro disponible no debe ser menor del 11% (130 g/dm³) cuando se ensaya según el numeral 13.

c.- El contenido de alcalinidad libre, expresada como hidróxido de sodio, no debe ser mayor de 1,65% (20 g/dm³) en masa, cuando se ensaya según el numeral 17.

TOMA DE MUESTRAS Y RECEPCION DEL PRODUCTO

5.- Las muestras deberán tomarse lo más rápidamente posible en el lugar de destino para reducir al máximo el tiempo de contacto con el aire y deberán guardarse en recipientes herméticamente cerrados.

6.- Cuando el material se encuentre pulverizado, la muestra se tomará empleando un tubo muestreador, el cual se insertará a través del material para obtener una muestra representativa. Se deben tomar al azar un 5% mínimo de recipientes, extrayendo de cada uno de ellos una cantidad necesaria para constituir una muestra representativa de 2 kg la cual se divide en 3 porciones aproximadamente iguales.

7.- cuando el material es líquido se deben tomar al azar un 5% mínimo de envases, extrayendo de cada uno de ellos una cantidad necesaria para constituir una muestra representativa de 1 dm³ la cual se divide en 3 porciones aproximadamente iguales.

8.- Las muestras obtenidas se colocarán en recipientes de vidrio oscuro, limpios y secos que se cerrarán herméticamente. Se les colocará rótulo de identificación y las observaciones que se consideren necesarias y se enviarán inmediatamente al laboratorio para los análisis respectivos.

ACEPTACION O RECHAZO

9.- Si la muestra ensayada no cumple con uno o más de los requisitos indicados en esta Norma, será motivo para rechazar el lote. En casos de discrepancia se repetirán los ensayos sobre la muestra reservada para tales efectos. Cualquier resultado no satisfactorio en este segundo caso, será motivo para rechazar el lote.

ENSAYOS

10.- DETERMINACION DEL CLORO DISPONIBLE EN EL HIPOCLORITO DE CALCIO

Reactivos.

Yoduro de potasio en cristales, Solución indicadora de almidón al 0,5% y Tiosulfato de sodio 0, 1 N Se prepara disolviendo 25 g de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en un dm^3 de agua destilada recientemente hervida, adicionado de un preservativo como bórax en la concentración de 3,8 g/dm^3 . Después de dos semanas de almacenamiento se valora con dicromato de potasio según el siguiente procedimiento:

Se disuelve 4,904 g de dicromato de potasio anhidro (calidad estándar primario) en agua destilada y se diluye hasta 1 dm^3 obteniéndose una solución 0.1000 N que se guarda en una botella de vidrio con tapa.

Se toman 80 cm^3 de agua destilada y se adicionan con agitación 1 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado. 10 cm^3 de dicromato de potasio 0,1000 N y 1 g de yoduro de potasio, se coloca la mezcla en la oscuridad durante 6 minutos para permitir la reacción y enseguida se titula con tiosulfato de sodio 0, 1N hasta cuando el color amarillo del yodo tienda a desaparecer. Se adiciona alrededor de 1 cm^3 de la solución de almidón y se continúa la titulación hasta que el color azul desaparezca.

La normalidad del tiosulfato de sodio se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$N = \frac{1}{V}$$

V

Siendo

N = Normalidad del tiosulfato de sodio.

V = Volumen del tiosulfato gastado en la titulación en cm^3

y ácido acético glacial.

11.- procedimiento.

Se colocan 6 g de hipoclorito de calcio en un mortero de porcelana, se humedece con agua destilada y se tritura hasta que las partículas sean impalpables. Se transfiere a un balón volumétrico de 1 dm³ enjuagando el mortero con agua destilada, enseguida se lleva a volumen y se mezcla.

Se toman con la pipeta 25 cm³ de la solución y se colocan en un Erlenmeyer de 250 cm³ se adiciona aproximadamente 1 g de cristales de yoduro de potasio y se acidifica con aproximadamente 4 cm³ de ácido acético glacial. Luego se titula con tiosulfato de sodio 0, 1N, hasta cuando el color amarillo del yodo tienda a desaparecer. Se adiciona al rededor de 1 cm³ de la solución del almidón y se continúa la titulación hasta que el color desaparezca.

12.- Cálculos:

el contenido de cloro disponible en porcentaje en masa, se calcula de la siguiente manera:

$$C = \frac{V \times N \times 141.80}{m}$$

siendo:

C = Cloro disponible, en porcentaje en masa.

V = Volumen de tiosulfato de sodio en cm³

N = Normalidad del tiosulfato de sodio

m = Masa de la muestra, en gramos

141,80 Factor de conversión.

DETERMINACION DEL CLORO DISPONIBLE EN EL HIPOCLORITO DE SODIO

13.- Procedimiento:

Se toman 20 cm³ de la muestra y se transfieren a un balón volumétrico de 1 dm³ y se lleva a volumen con agua destilada. Se toman con la pipeta 25 cm³ de esta solución y se continúa con el procedimiento indicado en el numeral 11.

14.- cálculos.

El contenido de cloro disponible, en porcentaje en volumen, se calcula de la siguiente manera:

$$C = \frac{V \times N \times 7,092}{V_m}$$

siendo:

C = cloro disponible, en porcentaje en volumen.

V = Volumen de tiosulfato de sodio, en cm³

N = Normalidad del tiosulfato de sodio

V_m = Volumen de la muestra, en cm³

7,092 = Factor de conversión.

DETERMINACION DE LA MATERIA INSOLUBLE EN EL HIPOCLORITO DE SODIO

15.- Procedimiento:

Se vierten 100 cm³ de la muestra de hipoclorito de sodio en un vaso de precipitados de 400 cm³ y se determina su masa con aproximación al 0,1 g.

Se adicionan 100 cm³ de agua destilada, se mezcla completamente y se pasa a través de un crisol Gooch previamente tarado. Se lava el vaso de precipitados y las paredes del crisol con agua destilada, recogiendo los lavados en el crisol. Se coloca el crisol en una estufa a 100-105o.C hasta obtener masa constante.

16.- Cálculos.

El contenido de materia insoluble, en porcentaje en masa, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$M = \frac{R}{m} \times 100$$

Siendo:

M = Contenido de materia insoluble, en porcentaje en masa.

R = Masa del residuo en gramos.

m = Masa de la muestra, en gramos.

DETERMINACION DEL ALCALI EN EL HIPOCLORITO DE SODIO

17.- Reactivos.

Acido clorhídrico 0, 1N, Peróxido de hidrógeno al 3% e indicador naranja de metilo.

Se pesan exactamente 10 g de hipoclorito de sodio en un vaso de precipitados de 200 cm³ y se adiciona la solución de peróxido de hidrógeno hasta que cese la

reacción. Se debe anotar la cantidad de peróxido que se adicionó. Se deja en ebullición durante 2 minutos y luego se enfría. Se titula con ácido clorhídrico 0, 1 N, usando naranja de metilo como indicador.

Para la preparación del blanco se mide la misma cantidad de peróxido de hidrógeno que se adicionó a la muestra hasta el cese de la reacción y se titula con ácido clorhídrico 0, 1 N, usando naranja de metilo como indicador. La diferencia del volumen en cm³ del ácido clorhídrico gastado en la titulación de la muestra menos el gastado en la titulación del blanco, se espera como el volumen neto de ácido clorhídrico usado en la titulación.

18.- Cálculos:

El contenido de alcali libre, en porcentaje en masa, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$A = \frac{V \times N \times 4}{m}$$

Siendo:

A = Contenido de alcali libre expresado como hidróxido de sodio, en porcentaje en masa.

V = Volumen neto de ácido clorhídrico en cm³

N = Normalidad del ácido clorhídrico.

M = Masa de la muestra en gramos.

4 = Factor de conversión.

EMPAQUE Y ROTULADO

19.- Los hipocloritos se empacarán en recipientes de material adecuado que permitan conservar la seguridad de los usuarios y facilitar su manejo hasta el destino final.

El rótulo deberá llevar la siguiente información:

Nombre del producto, nombre del fabricante o marca registrada, contenido neto del material expresado en Unidades del Sistema Internacional, contenido de cloro disponible y número del lote.

PRECAUCIONES:

21.- Los hipocloritos son agentes oxidantes fuertes que en contacto con el calor, ácidos o materiales combustibles se inflaman.

Cuando se trabaja con el hipoclorito de sodio se deben utilizar delantales y

guantes de caucho, además de máscara de cloro y careta facial.

Cuando estos productos se ponen en contacto con la piel, el área afectada se debe lavar con abundante agua, por lo menos durante 15 minutos enseguida se debe neutralizar con ácido acético al 2%. Si la irritación persiste se debe consultar con el médico.

Cuando la persona inhala el producto se debe retirar del área de contaminación y se debe dar atención médica inmediatamente.

Cuando se ingiere el producto, se debe dar pan mojado con leche, seguido de grandes cantidades de agua.

Los hipocloritos se deben almacenar en lugares aireados y de fácil acceso, además se deben proteger de la luz.

ARTICULO 2o. Para efectos de dar cumplimiento a lo establecido en el artículo anterior en lo relacionado a las discrepancias que surjan entre productor y consumidor, el Ministerio de Salud facultará a las entidades o instituciones oficiales para que realicen los correspondientes análisis de laboratorio.

ARTICULO 3o. el Ministerio de Salud y los Servicios Seccionales de Salud de todo el territorio colombiano, mantendrán la vigilancia y control de esta Resolución.

ARTICULO 4o. Las Entidades o Empresas encargadas del tratamiento de aguas para consumo humano, deberán informar al Ministerio de Salud o a los Servicios Seccionales de Salud cualquier anomalía que se presente en el cumplimiento de esta Resolución, por parte de los productores.

ARTICULO 5o. el incumplimiento de las normas establecidas en la presente resolución serán sancionadas conforme a lo previsto en el Decreto 2105 de 1983.

ARTICULO 6o. La presente resolución rige a partir de la fecha de su expedición.

Dada en Bogotá, D.E. a 24 de febrero de 1986.

EFRAIM OTERO RUIZ

Ministro de Salud.

RICARDO GALAN MORERA

Secretario General.