

40



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

FACULTAD DE QUIMICA

**PROPUESTA DE METODOS PARA EL ANALISIS
DE AGUAS RESIDUALES INDUSTRIALES COMO
REFERENCIA PARA LA NORMA OFICIAL MEXICANA**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A
EVARISTO MAURICIO GONZALEZ ESTRADA



MEXICO, D. F.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

1994



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

Jurado:

Presidente	Profr. Jesús González Prez
Vocal	Profr. Georgina Fernández Villagómez
Secretario	Profr. Rodolfo Torres Barrera
1er. suplente	Profr. Humberto Rangel Dávalos
2do. suplente	Profr. Víctor Manuel Luna Pabello

Sitio donde se desarrolló el tema División de Estudios de Posgrado de la
Facultad de Ingeniería (D.E.P.F.I.), U.N.A.M.

Asesor del tema

Dra. en Ing. Georgina Fernández Villagómez

Sustentante

Evaristo Mauricio González Estrada

Dedico este trabajo a mis padres

y a mis hermanos.

C O N T E N I D O

	PAG
1 INTRODUCCION	1
1.1 JUSTIFICACION	4
1.2 OBJETIVOS	6
1.3 METAS	6
2 LAS NORMAS INTERNACIONALES	7
2.1 LA ORGANIZACION INTERNACIONAL DE NORMALIZACION (ISO)	9
2.1.1 NORMAS PARA DETERMINAR LA CALIDAD DEL AGUA EMITIDAS POR LA ORGANIZACION INTERNACIONAL DE NORMALIZACION	11
2.2 LA AGENCIA DE PROTECCION AMBIENTAL DE LOS ESTADOS UNIDOS (EPA)	14
2.2.1 NORMAS PARA EL ANALISIS DE AGUAS EMITIDAS POR LA AGENCIA DE PROTECCION AMBIENTAL	16
2.3 LA COMUNIDAD ECONOMICA EUROPEA (CEE)	20
2.3.1 METODOS PARA EL ANALISIS DE AGUAS SUGERIDOS POR EL MINISTERIO DE OBRAS PUBLICAS DE LA COMUNIDAD ECONOMICA EUROPEA	22
3 NORMAS OFICIALES MEXICANAS (NOM) Y NORMAS MEXICANAS (NM)	24
3.1 NORMAS MEXICANAS SOBRE ANALISIS DE AGUAS	26

	PAG
4 MATRIZ DE LOS METODOS CONSIDERADOS POR LAS NORMAS MEXICANAS Y POR LAS NORMAS INTERNACIONALES	28
5 PROPUESTA	40
METODOS	41
5.1 ANALISIS DE AGUA -DETERMINACION DE HIERRO - METODO FOTOMETRICO UTILIZANDO 1,10-FENANTROLINA	42
5.2 CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACION DE MANGANESO - METODO ESPECTROMETRICO A LA FORMALDOXIMA	51
5.3 CALIDAD DEL AGUA -DETERMINACION DE AMONIO - PARTE 1: METODO ESPECTROMETRICO MANUAL	59
5.4 CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACION DE CLORO LIBRE Y CLORO TOTAL- PARTE 1: METODO DE TITULACION EMPLEANDO N,N-DIETIL-1,1-FENIL ENEDIAMINA	71
5.5 CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACION DE FOSFORO- PARTE 1: METODO ESPECTROMETRICO CON MOLIBDATO DE AMONIO	84
6 ANALISIS DE LA PROPUESTA	106
7 CONCLUSIONES	108
8 BIBLIOGRAFIA	109

1 INTRODUCCION

La Conferencia de las Naciones Unidas sobre Medio Ambiente Humano que tuvo verificativo en Estocolmo del 5 al 16 de junio de 1972, constituye el punto de partida de múltiples encuentros internacionales para la protección del medio ambiente. A partir de aquella fecha en todo el mundo se han externado ideas, conceptos, contradicciones y visiones que dejan claro que éste es el momento en que la humanidad debe incrementar sus esfuerzos con el denominador común de proteger el medio ambiente como un patrimonio básico para el estímulo del desarrollo, y como un requisito esencial para garantizar una vida digna a las generaciones del futuro.

De esta manera, lo que en un principio fue una inquietud individual, se tornó en un interés social, para adquirir posteriormente la dimensión internacional que se orienta a preservar el medio ambiente. Ha habido, pues, un ensanchamiento universal de esta inquietud, que se traduce en una internacionalización de las medidas normativas que, dando forma a un nuevo ordenamiento jurídico, tienen como sujetos directos a los factores fundamentales de la naturaleza, que son a su vez los pilares esenciales del equilibrio en los ecosistemas

Distintas y crecientes iniciativas se han ido tomando en los últimos años para favorecer mecanismos institucionales de protección del medio ambiente y para afianzar una conciencia global identificada con la conservación del equilibrio en los ecosistemas. Se han creado organismos especializados en la materia, de dimensión nacional, regional y mundial, y los gobiernos han asumido la responsabilidad de trabajar en este campo con organizada perseverancia.

Actualmente, en nuestras sociedades se están creando mecanismos políticos de solución para los evidentes problemas en materia de medio ambiente y desarrollo. Se necesitan normas y procedimientos legales, instituciones y modos de solución socialmente justos, para este conflicto inevitable. Las normas de protección del medio ambiente y las medidas para alentar un necesario y saludable equilibrio ecológico, conforman una estrategia para la supervivencia del género humano.

El problema ambiental, tal como se le conoce ahora, es una consecuencia de los profundos cambios sobrevenidos en la condición humana, que empezaron hace varios siglos y que continúan aceleradamente.

El surgimiento y la difusión de la industrialización, tanto dentro de los países donde empezó, como fuera de ellos, creó una compleja serie de problemas ambientales de grandes dimensiones, con insospechables dificultades técnicas y económicas para resolverlas. Esta situación se ha agravado por los aumentos paulatinos de población en diferentes épocas y en distintas partes del mundo.

Recientemente el hombre ha creado materiales que la naturaleza evitó, porque no hay lugar para ellos entre los engranes perfectamente acoplados del ecosistema global. Cotidianamente se fabrican materiales no transformables y no degradables, formando una curva alarmante de volúmenes.

Los desechos se producen sin interrupción y cada día se complica más la forma de disponer de ellos. Conforme avanzan las tecnologías de producción se obtienen productos y desechos más tóxicos y más peligrosos para la salud, por lo que el panorama se presenta poco alagüeño para el manejo y la disposición final adecuados.

Los usos que el hombre ha dado al agua son múltiples, sea como medio de transporte o como base para sus alimentos; para riego o para beber; para su aseo en general o para la industria; para generación de energía o para fines recreativos. De esta forma, para poder utilizar el agua es preciso que tenga una calidad aceptable para el uso a que se destina. Desafortunadamente, el hombre ha abusado de las aguas del planeta, utilizándolas como vehículo de sus desechos, de forma tal que sus actividades, particularmente durante los últimos tiempos, han ido degradando paulatinamente el medio acuático.

Las grandes ciudades son, por supuesto, una de las principales fuentes de contaminación de las aguas. La extremada concentración de personas e industrias por unidad de área requiere y dispone de una gran cantidad de este recurso, el cual luego de usarse se evacúa en forma de aguas residuales, que se mezclan con las corrientes naturales y llegan finalmente a los grandes depósitos acuíferos.

Los contaminantes que llegan a las corrientes naturales de agua son muy diversos y pueden alterar las características físicas, químicas y biológicas de los acuíferos receptores, aparte de ser común que se presenten casos de sinergia o de antagonismo al concurrir varios contaminantes. Es cierto que existen algunos de efecto limitado y de poco alcance, como algunas partículas sedimentables o ciertos colores, en tanto que otros tienen un efecto perjudicial transitorio, aunque muy severo, tales como la temperatura y la materia orgánica putrescible, que ocasiona graves daños sobre la flora y la fauna, pero a la larga va a ser descompuesta, desapareciendo de esta manera los daños causados al medio. En cambio hay otros que representan prácticamente la destrucción del ecosistema acuático y entrañan graves peligros para las personas que pudieran consumir esas aguas o sus productos, puesto que en ocasiones persisten en el medio por largo tiempo; tal es el caso de los metales pesados, ciertos biocidas, los cianuros, el arsénico, los hidrocarburos y el fenol, entre otros.

1.1 JUSTIFICACION

En las últimas décadas, en México han ocurrido, al mismo tiempo, una rápida modernización de la economía y un crecimiento acelerado de la población. Se consideró que con la urbanización y la industrialización, mejoraría automáticamente la calidad de vida de la población, sin considerar el impacto que tendrían, tanto la expansión de las nuevas actividades económicas como la concentración de la población en grandes ciudades.

"Actualmente el país enfrenta, simultáneamente, el reto de proseguir su modernización, adoptando los cambios estructurales que garanticen el crecimiento en el largo plazo y, a la vez, el de prevenir el impacto que tendrá este crecimiento sobre los recursos naturales y el ambiente. Enfrentamos tanto los problemas de un país que está consolidando su desarrollo económico, en las nuevas condiciones de la economía mundial, como los desequilibrios provocados por el uso de tecnologías, asociadas con esa modernización y por la concentración poblacional, en forma semejante a lo que ocurre en las sociedades desarrolladas".

"En décadas recientes, para responder a las nuevas necesidades sociales y al crecimiento poblacional, se hizo énfasis en la diversificación de la economía, pero no se atendió, en forma suficiente, la conservación de los recursos naturales y la protección al ambiente. El país no puede proseguir con esa tendencia, por los impactos adversos que ella implica sobre el bienestar de la población, sus condiciones de salud y la disponibilidad, a largo plazo, de los recursos naturales. Por ello, en los últimos años se ha cobrado mayor conciencia de los problemas ecológicos y su atención se ha convertido en una de las prioridades de la sociedad".

"La solución a estos problemas no está, desde luego, en sacrificar el desarrollo, menos aún, en una situación como la que enfrenta el país, con tantas necesidades pendientes de alimentación, empleo y vivienda. La solución está en lograr un mejor equilibrio ecológico, prevenir los impactos adversos de las actividades económicas y aprovechar, en forma racional, los recursos naturales de que disponemos".

Anteriormente, el interés de la norma jurídica se centraba en corregir los efectos de la contaminación sobre la salud humana, sin considerar de manera integral, las causas que la originaban; es decir, se abocaba exclusivamente a la prevención y control de la contaminación ambiental a través de normas que se limitaban a establecer sanciones para corrección de conductas que produjeran efectos indeseables; de esta manera no se identificaban las causas que están en la base de la problemática ecológica y se trataba el fenómeno como un conjunto de conductas individuales que debían ser corregidas a través de castigos.

Actualmente, en la política ambiental tienen privilegio los instrumentos de ejecución cuya finalidad es prevenir la ocurrencia de situaciones nocivas para los ecosistemas, con base en la

consideración de que, por lo general, la eliminación del daño ambiental tiene un costo más alto para la sociedad que su prevención e, incluso, que no siempre esa eliminación es posible.

En el capítulo primero de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente se señalan los criterios ecológicos generales que deberán observarse para el aprovechamiento racional del agua y los ecosistemas acuáticos, así como las principales actividades en las que deberán considerarse dichos criterios.

"En el capítulo tercero, de los efectos de la exploración y explotación de los recursos no renovables en el equilibrio ecológico, se prevee la formulación de normas para prevenir y controlar los efectos nocivos de la exploración y explotación de dichos recursos. Se protegen las aguas utilizadas o que sean resultado de esas actividades, para que puedan ser objeto de otros usos, así como los suelos, la flora y la fauna, sin establecer regulaciones que pudieran significar un obstáculo a dichas actividades, prioritarias para el desarrollo nacional".

"Por lo que se refiere a la contaminación del agua y de los ecosistemas acuáticos, se establecen los criterios para prevenir y controlar su contaminación y se especifican con una visión integral todos aquellos instrumentos y procedimientos en los que las autoridades habrán de aplicar dichos criterios".

Dentro de estos instrumentos y procedimientos están las normas oficiales mexicanas (NOM) que expiden las dependencias competentes, con carácter obligatorio y las normas mexicanas (NM), que sirven de referencia.

Se han publicado 33 normas oficiales mexicanas (NOM) que establecen los límites máximos permisibles de los diferentes contaminantes por controlar en las descargas de aguas residuales provenientes de diferentes industrias y servicios, como termoeléctricas, refinación de petróleo, fabricación de fertilizantes, plásticos y polímeros sintéticos, asbestos de construcción, vidrio, hierro y acero, textiles, celulosa y papel, alimenticias, jabones y detergentes, entre otros y 46 normas mexicanas (NM) sobre contaminación de agua, que especifican los métodos de prueba que se aplican en la determinación de algunos de esos contaminantes.

Es de esperar que para cada parámetro, cuyo límite máximo permisible se establece en una norma oficial mexicana, exista un método para su determinación, especificado en una norma mexicana. Sin embargo esto no ocurre así, ya que ciertas NOM carecen de algunas NM, necesarias para su cumplimiento total; tal es el caso de las normas para las siguientes industrias y parámetros:

- Centrales termoeléctricas convencionales: hierro;
- Vidrio prensado y soplado: amonio;
- Hierro y acero: amonio;
- Acabados metálicos: hierro y manganeso;
- Jabones y detergentes: cloro libre residual;

y para los siguientes servicios y parámetros:

- Hospitales: cloro libre residual;
- De tipo urbano o municipal: hierro y manganeso.

En la Ley Federal Sobre Metrología y Normalización publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1° de julio de 1992 se establece que para la elaboración de normas oficiales mexicanas, deberán tomarse en consideración las normas mexicanas y las emitidas por organismos internacionales reconocidos por el gobierno mexicano.

Asimismo, las normas oficiales mexicanas deberán contener, entre otras cosas, los métodos de prueba aplicables en relación con la norma y, en su caso, los de muestreo.

Por lo anterior, el presente trabajo persigue los siguientes

1.2 OBJETIVOS

- Seleccionar de los procedimientos emitidos como normas o sugeridos por diferentes organismos internacionales, algunos métodos para el análisis de aguas residuales industriales que no están considerados actualmente en las normas mexicanas y
- Proponer algunos de estos métodos como referencias para las normas oficiales mexicanas que marcan los límites mximos permisibles de contaminantes en aguas residuales.

1.3 METAS

- Recopilar las normas o métodos sugeridos por diferentes organismos internacionales (ISO, EPA, CEE) para el análisis de aguas residuales.
- Presentar los parámetros y métodos que actualmente contemplan las normas mexicanas, para el análisis de aguas residuales.
- Seleccionar los métodos que no marcan las normas mexicanas y que sí consideran los organismos internacionales para el análisis de aguas residuales.
- Proponer algunos métodos para el análisis de aguas residuales industriales, de acuerdo a la problemática nacional en materia de contaminación hídrica.

2 LAS NORMAS INTERNACIONALES

Una definición general de normalización es el establecimiento, por autoridad, por costumbre o por consenso, de reglas, disciplinas, técnicas y otras condiciones definidas que han de seguirse para permitir a una sociedad o secciones particulares de ella, funcionar fácil y eficientemente. Así, esta definición se aplica a regulaciones estatales, prácticas industriales, condiciones de comercio, procedimientos empresariales, costumbres sociales, calificaciones educacionales, unidades de medida y otros.

Normas industriales

Para el propósito principal de operaciones y comercio, se utilizan normas industriales. Una norma industrial es una declaración precisa que define los requerimientos que pueden cumplirse usualmente con un mínimo de variación, de manera reproducible y económica, en base a las mejores técnicas existentes. Tales normas pueden basarse en prácticas de compañías, industriales, nacionales, regionales o internacionales.

Normas Nacionales

Las normas comenzaron en firmas privadas y después se desarrollaron para influir sobre industrias completas. La experiencia ha demostrado que para alcanzar su más alta eficiencia y ofrecer los mayores beneficios a una comunidad completa, deben aplicarse nacionalmente bajo algún cuerpo central de coordinación. A un centro nacional de normalización le concierne esencialmente evitar la parcialidad, la coincidencia y los posibles conflictos y economizar el esfuerzo. Así, existen enormes ventajas para la industria en la cooperación nacional a través de un centro de coordinación, como la Dirección General de Normas de México y la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos de Norteamérica (USEPA).

La iniciativa de una norma nacional puede provenir de varias fuentes: de una sección o industria particular; una asociación comercial; el gobierno; una sociedad de enseñanza; un cuerpo académico; una autoridad local; los consumidores o cualquier fuente responsable. En algunos casos la necesidad de una norma surge de las relaciones internacionales y de la necesidad de incrementar las exportaciones. Generalmente las normas nacionales se elaboran por comités en los que están representadas todas las partes interesadas; estas normas se adoptan por común acuerdo. Las

nuevas técnicas científicas se están aplicando por medio de la normalización en el diseño, la producción, la venta y la distribución.

Normas internacionales

Las dos principales organizaciones internacionales relacionadas con la normalización son la Organización Internacional de Normalización (ISO) y la Comisión Electrotécnica Internacional.

En ciertas regiones del mundo, los países también se consultan para juntos conseguir la armonización de sus normas de operación en áreas particulares. Por ejemplo, el Comité Europeo para la Normalización (CEN) tiene el propósito de elaborar normas regionales para el libre flujo en las operaciones dentro de la Comunidad Económica Europea.

2.1 LA ORGANIZACION INTERNACIONAL DE NORMALIZACION (I S O)

En 1946 en la Ciudad de Londres, Inglaterra, se reunieron delegados de 25 países para discutir la conveniencia de crear un organismo internacional cuyo objetivo sería facilitar la coordinación y unificación de las normas industriales, con vistas a facilitar el intercambio de artículos y servicios y desarrollar la cooperación en los campos intelectual, científico, tecnológico y económico. Este organismo se llama Organización Internacional de Normalización (ISO), la cual empezó a funcionar el 23 de febrero de 1947.

En la actualidad ISO es una federación mundial de cuerpos nacionales, que comprende 89 miembros, uno en cada país. Se ocupa de la normalización en todos los campos, excepto ingeniería eléctrica y electrónica, ya que esta área está cubierta por la Comisión Electrotécnica Internacional (IEC). Junto con la IEC forman el sistema más especializado para normalización mundial — el mayor sistema no gubernamental para la colaboración voluntaria industrial y técnica a nivel internacional.

El resultado del trabajo técnico de ISO se publica en forma de normas internacionales. El catálogo 1991 lista 7,778 normas internacionales publicadas, que están disponibles en documentos individuales, en compilaciones o manuales para campos específicos y, en muchos países, en microfilme y microficha.

El trabajo de ISO está descentralizado, llevándose a cabo por 172 comités técnicos y 653 subcomités, organizados y apoyados por secretarías técnicas en 33 países.

20,000 ingenieros, científicos y administradores desarrollan las normas internacionales. Se nombran por los miembros ISO para participar en las juntas de comités y para representar los puntos de vista y los intereses de la industria, los gobiernos y los consumidores, en las normas para productos y procesos.

ISO coordina el intercambio de información relacionada con la normalización internacional y nacional, regulaciones técnicas y otros documentos tipo norma, a través de una cadena de información llamada ISONET, la cual maneja el centro de información ISO en Ginebra, con centros similares en 60 países,

De esta manera ISO:

- * Toma las medidas que facilitan la coordinación y la unificación de las normas necesarias y envía a los organismos miembros las recomendaciones que se requieren para este propósito.

- * Fomenta y facilita la elaboración de nuevas normas con requisitos comunes para que se empleen en el campo regional e internacional.

* Negocia el intercambio de información relacionada con el trabajo del organismo y de los comités técnicos.

* Coopera con otras organizaciones internacionales interesadas en asuntos similares, particularmente tomando los estudios referentes a proyectos de normalización.



2.1.1 Normas para determinar la calidad del agua emitidas por la Organización Internacional de Normalización (ISO)

- ISO 5663:1984. Calidad del agua - Determinación de nitrógeno Kjeldahl - Método después de la mineralización con selenio
- ISO 5664:1984. Calidad del agua - Determinación de amonio - Método de destilación y titulación
- ISO 5666-1:1983. Calidad del agua - Determinación de mercurio total por espectrometría de absorción atómica sin flama - Parte 1: Método después de la digestión con permanganato-peroxodisulfato
- ISO 5666-2:1983. Calidad del agua - Determinación de mercurio total por espectrometría de absorción atómica sin flama - Parte 2: Método después del tratamiento con radiación ultravioleta
- ISO 5666-3:1984. Calidad del agua - Determinación de mercurio total por espectrometría de absorción atómica sin flama - Parte 3: Método después de la digestión con bromo
- ISO 5813:1983. Calidad del agua - Determinación de oxígeno disuelto - Método yodométrico
- ISO 5814:1984. Calidad del agua - Determinación de oxígeno disuelto - Método de prueba electroquímica
- ISO 5815:1989. Calidad del agua - Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno después de 5 días (DBO₅) - Método de dilución y sembrado
- ISO 5961:1985. Calidad del agua - Determinación de cadmio - Métodos de espectrometría de absorción atómica a la flama
- ISO 6058:1984. Calidad del agua - Determinación del contenido de calcio - Método de titulación en presencia de EDTA
- ISO 6059:1984. Calidad del agua - Determinación de la suma de calcio y magnesio - Método de titulación en presencia de EDTA
- ISO 6060:1989. Calidad del agua - Determinación de demanda química de oxígeno (DQO)
- ISO 6332:1988. Calidad del agua - Determinación de hierro - Método espectrométrico empleando 1,10-fenantrolina
- ISO 6333:1986. Calidad del agua - Determinación de manganeso - Método espectrométrico con formaldoxima
- ISO 6439:1984. Calidad del agua - Determinación del índice de fenol - Métodos espectrométricos con 4-aminoantipirina después de la destilación
- ISO 6595:1982. Calidad del agua - Determinación de arsénico total - Método espectrofotométrico con dietilditiocarbamato de plata
- ISO 6703-1:1984. Calidad del agua - Determinación de cianuro - Parte 1: Determinación de cianuro total
- ISO 6703-2:1984. Calidad del agua - Determinación de cianuro - Parte 2: Determinación de cianuro fácilmente liberable

- ISO 6703-3:1984. Calidad del agua - Determinación de cianuro - Parte 3: Determinación de cloruro de cianógeno
- ISO 6703-4:1985. Calidad del agua - Determinación de cianuro - Parte 4: Determinación de cianuro por difusión a pH 6
- ISO 6777:1984. Calidad del agua - Determinación de nitrito - Método espectrométrico de absorción molecular
- ISO 6778:1984. Calidad del agua - Determinación de amonio - Método potenciométrico
- ISO 6878-1:1986. Calidad del agua - Determinación de fósforo -Parte 1: Método espectrométrico con molibdato de amonio
- ISO 7027:1984. Calidad del agua - Determinación de turbiedad
- ISO 7150-1:1984. Calidad del agua - Determinación de amonio - Parte 1: Método espectrométrico manual
- ISO 7150-2:1986. Calidad del agua - Determinación de amonio - Parte 2: Método espectrométrico automatizado
- ISO 7393-1:1985. Calidad del agua - Determinación de cloro libre y cloro total - Parte 1: Método de titulación empleando N,N-dietyl-1,4-fenilenediamina
- ISO 7393-2:1985. Calidad del agua - Determinación de cloro libre y cloro total - Parte 2: Método colorimétrico empleando N,N-dietyl-1,4-fenilenediamina, para propósitos de control de rutina
- ISO 7393-3:1986. Calidad del agua - Determinación de cloro libre y cloro total - Parte 3: Método de titulación yodométrica para la determinación de cloro total
- ISO 7875-1:1984. Calidad del agua - Determinación de surfactantes- Parte 1: Determinación de surfactantes aniónicos por el método espectrométrico con azul de metileno
- ISO 7875-2:1984. Calidad del agua - Determinación de surfactantes- Parte 2: Determinación de surfactantes no iónicos empleando el reactivo de Dragendorff
- ISO 7887:1985. Calidad del agua - Exámen y determinación de color
- ISO 7888:1985. Calidad del agua - Determinación de la conductividad eléctrica
- ISO 7890-1:1986. Calidad del agua - Determinación de nitrato- Parte 1: Método espectrométrico con 2,6-dimetilfenol
- ISO 7890-2:1986. Calidad del agua - Determinación de nitrato - Parte 2: Método espectrométrico con 4-fluorofenol después de la destilación
- ISO 7890-3:1988. Calidad del agua - Determinación de nitrato - Parte 3: Método espectrométrico empleando ácido sulfosalicílico
- ISO 7980:1986. Calidad del agua - Determinación de calcio y magnesio - Método espectrométrico de absorción atómica
- ISO 8192:1986. Calidad del agua - Prueba para la inhibición del consumo de oxígeno por lodos activados
- ISO 8245:1987. Calidad del agua - Guía para la determinación de carbono orgánico total (COT)

- ISO 8288:1986. Calidad del agua - Determinación de cobalto, níquel, cobre, zinc, cadmio y plomo - Métodos espectrométricos de absorción atómica a la flama
- ISO 8467:1986. Calidad del agua - Determinación del índice de permanganato
- ISO 9297:1989. Calidad del agua - Determinación de cloruro - Titulación con nitrato de plata e indicador de cromato (Método de Mohr)
- ISO 9562:1989. Calidad del agua - Determinación de halógenos orgánicos adsorbibles (AOX)
- ISO 9698:1989. Calidad del agua - Determinación de la actividad del tritio - Método de conteo del centelleo en medio líquido
-

2.2 LA AGENCIA DE PROTECCION AMBIENTAL DE LOS ESTADOS UNIDOS (EPA)

Para la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA), el cumplimiento de sus objetivos en la protección del ambiente, requiere conciencia de la interdependencia de los componentes que se intenta proteger —aire, agua y tierra. Por medio de esfuerzos individuales y conjuntos, los Centros Nacionales de Investigación Ambiental proporcionan este enfoque multidisciplinario a través de programas que comprenden

- estudios de los efectos de los contaminantes ambientales en el hombre y en la biósfera,
- el desarrollo de medios eficientes para monitorear estos contaminantes y
- la búsqueda de formas más efectivas para prevenir la indeseable modificación del medio ambiente y para el reciclaje de recursos.

En 1976 la Agencia de Protección Ambiental celebró un Acuerdo sobre Normalización necesario para estudiar y regular los contaminantes y las clases de contaminantes del medio acuático. Este Acuerdo incluye un rígido programa para realizar mediciones analíticas en las aguas residuales industriales y establecer las especificaciones de los efluentes.

El Laboratorio de Monitoreo y Mantenimiento Ambiental de la Agencia conduce la investigación para:

* Desarrollar y evaluar las técnicas para medir la presencia y la concentración de contaminantes físicos, químicos y radiológicos en agua, aguas residuales, sedimentos y residuos sólidos.

* Encontrar métodos para la cuantificación, recuperación e identificación de virus, bacterias y otros organismos microbiológicos en agua; y determinar las respuestas de los organismos acuáticos a la calidad del agua.

* Desarrollar y operar el Programa de Aseguramiento de la Calidad de la Agencia, para garantizar la normalización y el control de la calidad de los sistemas de monitoreo de agua y aguas residuales.

* Desarrollar y operar sistemas computarizados para el control instrumental automático, para mejorar la recolección de los datos, el análisis y el control de calidad.

A partir de estas investigaciones el Laboratorio desarrolla manuales de métodos químicos para el monitoreo de la calidad de aguas subterráneas y superficiales, efluentes residuales domésticos e industriales y muestras de procesos de tratamiento, así como para determinar el impacto de las descargas residuales. La mayoría de los métodos se aplican tanto a agua potable como a muestras de aguas residuales o salinas.

Los métodos de prueba se seleccionan cuidadosamente para satisfacer las necesidades de los laboratorios involucrados en la protección del ambiente acuático. Esta selección se basa en los siguientes criterios:

1. El método deberá medir la propiedad o el constituyente deseado, con la precisión, la exactitud y la especificidad suficientes para conocer los datos que la EPA requiere, en presencia de los materiales que causan interferencias.
2. El procedimiento deberá utilizar el equipo y las habilidades disponibles en los laboratorios modernos para el control de la contaminación del agua.
3. El método seleccionado está en uso en muchos laboratorios o se ha probado lo suficiente para establecer su validez.
4. El método deberá ser lo suficientemente rápido para permitir su uso de rutina y para examinar un gran número de muestras.

Así, los métodos publicados por la EPA representan un esfuerzo por proporcionar procedimientos que sean uniformes, efectivos y prácticos para una amplia gama de compuestos químicos. Sus manuales se publican y distribuyen por la Oficina de Transferencia de Tecnología como parte de una serie diseñada para asegurar que las tecnologías más recientes desarrolladas por la Agencia de Protección Ambiental y la industria privada se disemine por los estados, municipalidades e industrias responsables del control de la contaminación ambiental.

2.2.1 Normas para el análisis de aguas emitidas por la
Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA)

- 00010 Temperatura. Termómetro de mercurio o tipo dial o termistor
- 00076 Turbiedad. Comparación de la intensidad de luz dispersa por la muestra y por una suspensión de referencia
- 00080 Color. Comparación visual de la muestra con la escala platino-cobalto
Color. Espectrofotometría a pH 7.6 y al pH original de la muestra
- 00085 Olor a temperatura ambiente. Método de series consistentes
- 00086 Olor a 60°C. Método de series consistentes
- 00095 Conductancia específica. Conductímetro, puente de Wheatstone o equivalente
- 00299 Oxígeno disuelto. Electrodo
- 00300 Oxígeno disuelto. Winkler modificado
- 00335 Demanda Química de Oxígeno (DQO) de nivel bajo. Pretratamiento con dicromato de potasio y titulación con sulfato ferroso amoniacal empleando ortofenantrolina
- 00340 Demanda Química de Oxígeno (DQO). Pretratamiento con dicromato de potasio y titulación con sulfato ferroso amoniacal empleando ortofenantrolina
- 00400 pH. Medición electrométrica
- 00410 Alcalinidad. Titulación electrométrica a pH 4.5
Alcalinidad. Método con anaranjado de metilo como indicador
- 00500 Residuo total. Evaporación hasta secado a 103-105°C
- 00505 Residuo volátil total. Combustión a 550°C del residuo total y cálculo de la diferencia de peso
- 00520 Residuo volátil filtrable. Combustión a 550°C del residuo filtrable y cálculo de la diferencia de peso
- 00530 Residuo total no-filtrable. Filtración y secado a 103-105°C
- 00535 Residuo volátil no-filtrable. Combustión a 550°C del residuo no-filtrable y cálculo de la diferencia de peso
- 00550 Grasas y aceites. Extracción Soxhlet
- 00556 Grasas y aceites. Extracción con Freon en embudo de separación
- 00560 Grasas y aceites. Extracción con Freon y comparación de la absorbancia infraroja
- 00610 Nitrógeno amoniacal. Destilación; determinación colorimétrica por nesslerización, titulación con ácido sulfúrico normalizado usando mezcla de indicadores o potenciometría con electrodo de amoníaco
Nitrógeno amoniacal. Potenciometría usando electrodo selectivo del ión amoniacal
Nitrógeno amoniacal. Método colorimétrico automatizado, con fenato
- 00615 Nitrógeno de nitritos. Diazonización con sulfanilamida y espectrofotometría a 540 nm
- 00620 Nitrógeno de nitratos. Método con sulfato de brucina
- 00625 Nitrógeno Kjeldahl total.
Nitrógeno Kjeldahl total. Método automatizado con fenato
Nitrógeno Kjeldahl total. Método automatizado con selenio
- 00630 Nitrógeno de nitrato y nitrito. Método automatizado por reducción con cadmio-cobre granulado

- 00665 Fósforo, todas las formas. Procedimiento de digestión con persulfato
- 00666 Fósforo disuelto. Procedimiento de digestión con persulfato
- 00667 Fósforo insoluble.
- 00669 Fósforo hidrolizable total (incluye polifósforos y algunos tipos de fósforo orgánico). Hidrólisis con ácido sulfúrico (menos ortofosfatos)
- 00670 Fósforo orgánico total. Procedimiento de digestión con persulfato (menos fósforo hidrolizable y ortofosfato)
- 00671 Fósforo como ortofosfato disuelto. Análisis colorimétrico directo
- 00672 Fósforo hidrolizable disuelto. Hidrólisis con ácido sulfúrico (menos ortofosfatos)
- 00673 Fósforo orgánico disuelto. Procedimiento de digestión con persulfato (menos fósforo hidrolizable disuelto y ortofosfato)
- 00674 Fósforo como ortofosfato insoluble
- 00675 Fósforo hidrolizable insoluble
- 00676 Fósforo orgánico insoluble
- 00680 Carbono orgánico total. Oxidación y medición del CO₂ con detector infrarrojo o conversión a metano y medición con detector de ionización de flama
- 00681 Carbono orgánico disuelto. Oxidación y medición del CO₂ con detector infrarrojo o conversión a metano y medición con detector de ionización de flama
- 00695 NTA, sal trisódica del ácido nitrilo triacético. Método con zinc y zincon
- 00720 Cianuro total. Destilación a reflujo y absorción en solución de hidróxido de sodio; determinación por titulación volumétrica o colorimetría
- 00722 Cianuro susceptible a cloración. Cloración a pH>11; determinación de cianuro total por titulación o colorimetría; cálculo de cianuro susceptible a cloración, por diferencia
- 00740 Sulfito. Titulación con yodato-yoduro de potasio normalizado, en presencia de indicador
- 00745 Sulfuro total. Titulación yodométrica
- 00746 Sulfuro disuelto. Titulación yodométrica
- 00900 Dureza total. Adición de EDTA disódico en presencia de indicador de Calmagita
- 00900 Dureza total, método automatizado. Adición de EDTA magnésico; adición de calmagita a pH 10; medición de la concentración de magnesio
- 00910 Calcio (mg/l CaCO₃). Titulación en presencia de EDTA
- 00916 Calcio total (mg/l Ca). Titulación en presencia de EDTA
Calcio. Espectroscopía de absorción atómica
- 00927 Magnesio. Espectroscopía de absorción atómica
- 00929 Sodio. Espectroscopía de absorción atómica
- 00937 Potasio. Espectroscopía de absorción atómica
- 00940 Cloruro. Titulación en presencia de los indicadores difenilcarbazona - azul de bromofenol
Cloruro. Método automatizado. Colorimetría a 480 nm

- 00945 Sulfato. Turbidimetría (colorimetría o espectrofotometría)
Sulfato. Método automatizado con cloranilato de bario (colorimetría)
Sulfato. Precipitación en medio ácido y gravimetría
- 00950 Fluoruro disuelto. Método SPADNS con destilación Bellack
Fluoruro. Método automatizado con complexona
Fluoruro. Potenciometría usando electrodo selectivo
- 00951 Fluoruro total. Método SPADNS con destilación Bellack
Fluoruro total. Potenciometría usando electrodo selectivo
- 00955 Sílice disuelto. Filtración, adición de solución ácida de ión molibdato y medición espectrofotométrica
- 00995 Arsénico inorgánico disuelto. Método con dietilditiocarbamato de plata
- 00997 Arsénico inorgánico total. Método con dietilditiocarbamato de plata
- 01002 Arsénico total. Método con dietilditiocarbamato de plata
Arsénico. Espectroscopía de absorción atómica. Método del hidruro gaseoso
- 01007 Bario. Espectroscopía de absorción atómica
- 01012 Berilio. Espectroscopía de absorción atómica
- 01022 Boro. Método colorimétrico. Comparación visual o fotométrica
- 01027 Cadmio. Espectroscopía de absorción atómica
- 01034 Cromo. Espectroscopía de absorción atómica
- 01037 Cobalto. Espectroscopía de absorción atómica
- 01042 Cobre. Espectroscopía de absorción atómica
- 01045 Hierro. Espectroscopía de absorción atómica
- 01051 Plomo. Espectroscopía de absorción atómica
- 01055 Manganeso. Espectroscopía de absorción atómica
- 01059 Talio. Espectroscopía de absorción atómica
- 01062 Molibdeno. Espectroscopía de absorción atómica
- 01067 Níquel. Espectroscopía de absorción atómica
- 01077 Plata. Espectroscopía de absorción atómica
- 01087 Vanadio. Espectroscopía de absorción atómica
- 01092 Zinc. Espectroscopía de absorción atómica
- 01097 Antimonio. Espectroscopía de absorción atómica
- 01102 Estaño. Espectroscopía de absorción atómica
- 01105 Aluminio. Espectroscopía de absorción atómica
- 01147 Selenio. Espectroscopía de absorción atómica; método de hidruro gaseoso
- 01152 Titanio. Espectroscopía de absorción atómica
- 32730 Fenólicos. Método con 4-aminoantipirina (4-AAP) en presencia de ferricianuro de potasio a pH 10
Fenólicos. Método automatizado con 4-AAP y destilación
- 38260 Sustancias activas al azul de metileno. Método con azul de metileno
- 50060 Cloro. Titulación con yoduro de potasio; titulación posterior con tiosulfato de sodio u óxido de fenilarsina, con almidón como indicador
- 50086 Materia sedimentable. Volumetría en cono Imhoff
- 70300 Residuo filtrable total. Filtración, evaporación y secado a 180°
- 70507 Fósforo. Análisis colorimétrico directo
- 70508 Acidez. Titulación electrométrica con álcali a pH 8.2
- 71865 Yoduro. Conversión de yoduro a yodato con agua de bromo y titulación con óxido de fenilarsina o tiosulfato de sodio

- 71870 Bromuro. Titulación yodométrica con óxido de fenilarsina o tiosulfato de sodio
- 71900 Mercurio. Espectroscopía de absorción atómica; técnica de vapor frío
- 601 Halocarburos eliminables. Cromatografía de gas con purga y trampa
- 602 Aromáticos eliminables. Cromatografía de gas con purga y trampa
- 603 Acroleína y acrilonitrilo. Cromatografía de gas con purga y trampa
- 604 Fenoles. Cromatografía de gas
- 605 Bencidinas. Cromatografía líquida de alta resolución
- 606 Esteres ftalatos. Cromatografía de gas
- 607 Nitrosaminas. Cromatografía de gas
- 608 Pesticidas organoclorados y PCBs. Cromatografía de gas
- 609 Nitroaromáticos e isoforona. Cromatografía de gas
- 610 Hidrocarburos aromáticos polinucleares. Cromatografía líquida de alta resolución o cromatografía de gases
- 611 Haloéteres. Cromatografía de gas
- 612 Hidrocarburos clorados. Cromatografía de gas
- 613 2,3,7,8-tetraclorodibenzo-p-dioxina. Cromatografía de gas/espectrometría de masas
- 624 Orgánicos eliminables. Cromatografía de gas con purga y trampa/espectrometría de masas
- 625 Bases/neutras y ácidos. Cromatografía de gas/espectrometría de masas

2.3 LA COMUNIDAD ECONOMICA EUROPEA (CEE)

En 1983, al adoptar la Comunidad Económica Europea su Tercer programa en materia de medio ambiente, ya se había producido a nivel regional una clara evolución del pensamiento político y del enfoque de la protección medioambiental. El enfoque preventivo —que implica la exigencia de un desarrollo económico y social que evite la creación de problemas de medio ambiente— se convirtió en el enfoque central. Se consideraba que los recursos del medio ambiente constituían la base de todo desarrollo económico y social futuro, del que también se fijaban los límites. La prevención debería llevarse a cabo mediante la integración de las exigencias medioambientales en la planificación y la ejecución de medidas en numerosos sectores económicos y sociales; se insistió en la importancia de una valoración previa de la repercusión sobre el medio ambiente como instrumento de capital importancia para garantizar dicha integración.

Ahora bien, en el momento en que la Comunidad adopta el Cuarto programa en materia de medio ambiente para el período de seis años 1987/1992, el contexto ha cambiado. En la actualidad se cree firmemente que la política de protección del medio ambiente desempeña una función primordial en el conjunto de las políticas comunitarias y que, por lo tanto, la protección del medio ambiente debe considerarse como factor fundamental en la toma de decisiones económicas. Los problemas permanentes —y, en muchos casos, crecientes— del deterioro del medio ambiente han convencido a la Comunidad de que la adopción de normas estrictas para la protección del medio ambiente no es únicamente una mera opción; se ha convertido en algo esencial. Por otra parte, la Comunidad también está convencida de que si se considera la demanda pública creciente de normas perfeccionadas de protección del medio ambiente y de artículos no perjudiciales para el mismo —tanto dentro de la Comunidad como en el mundo— la industria comunitaria sólo será viable si se adapta gradualmente a los requisitos de tales normas y a la producción de dichos artículos. Así, un alto nivel de protección del medio ambiente se ha convertido en un imperativo de carácter económico.

"Actualmente, en un mundo que requiere normas de medio ambiente cada vez más estrictas, la adopción de tales normas debe considerarse un elemento fundamental de las realizaciones económicas futuras de la Comunidad".

"La política de la Comunidad consiste en elaborar propuestas de legislación sobre protección del medio ambiente, en estrecha colaboración con la industria. Uno de los objetivos consistirá, cuando sea posible, en notificar los posibles cambios de legislación de los que resulten normas o requisitos de medio ambiente estrictos, con la suficiente anticipación para que la industria pueda adaptar y tener en cuenta las nuevas normas en las operaciones que realice".

Sin embargo, no todo consiste en legislar. Es evidente que las normas de medio ambiente serán cada vez más estrictas y que la demanda pública de mejor calidad del medio ambiente continuará creciendo. Por consiguiente, es de primordial importancia que la industria tome progresivamente, por su propia iniciativa e interés, las medidas necesarias para integrar las consideraciones medioambientales en sus políticas, procedimientos y prácticas operativas propias.

"En el momento de realizar esta tarea, será necesario reconocer que los problemas más graves derivados de la necesidad de adoptar normas cada vez más estrictas recaen en las industrias más anticuadas que realizan procesos de reestructuración y poseen instalaciones anticuadas importantes. Las pequeñas y medianas empresas no podrán dejar de cumplir las normas medioambientales aún cuando puedan tener dificultades para hacerlo. En algunos casos las autoridades públicas tendrán que ayudar a dichas empresas a realizar la inversión necesaria para cumplir esas normas".

"En el contexto del Cuarto programa de medio ambiente seguirán siendo válidas las prioridades del Tercer programa, que señalaba que la Comunidad aplicará las directivas y decisiones adoptadas por el Consejo con vistas a prevenir y reducir la contaminación del agua. Estas directivas y decisiones se refieren, en particular, al establecimiento a nivel comunitario de normas de calidad relativas a distintos tipos de agua, así como a la reducción de la contaminación causada por los vertidos de determinadas sustancias peligrosas en el medio acuático".

2.3.1 Métodos para el análisis de aguas sugeridos por
el Ministerio de Obras Públicas de
la Comunidad Económica Europea (CEE)

- 010 Absorción atómica
- 020 Acidimetría
- 030 Acidimetría con anaranjado de metilo
- 040 4-amino-antipirina (Método de)
- 050 Azul indofenol (Método de)
- 060 Centrifugación, secado y comprobación de peso
- 070 Comparación con una mezcla de seis sustancias patrones que tengan la misma concentración
- 080 Complejometría
- 090 Complejometría con EDTA
- 100 Conductimetría
- 110 Cromatografía en fase gaseosa
- 120 Cromatografía en fase gaseosa o líquida tras extracción y purificación, identificación y determinación cuantitativa
- 130 Desecado y pesado
- 140 Determinación de O₂ disuelto antes y después de cinco días de incubación a 20 ± 1 °C; adición de inhibidor de nitrificación
- 150 Dicromato de potasio (Método de)
- 160 Dietil-p-fenilenediamina (Método de DPD)
- 170 Diluciones sucesivas
- 180 Electrodo iónico específicos
- 190 Electrometría
- 200 Electrometría (con oxígeno metro)
- 210 Electroquímica
- 220 Espectrofotometría de absorción
- 230 Espectrofotometría de absorción con ayuda de reactivo específico
- 240 Espectrofotometría de absorción con azul de metileno
- 250 Espectrofotometría de absorción infrarroja
- 260 Espectrofotometría de absorción molecular
- 270 Espectrofotometría de absorción molecular tras destilación
- 280 Espectrofotometría de absorción molecular tras filtración (45µm)
- 290 Espectrofotometría infrarroja tras extracción con tetracloruro de carbono
- 300 Espectrometría de absorción atómica
- 310 Espectrometría de absorción atómica sin llama (vaporización en frío)
- 320 Espectrometría de absorción atómica tras concentración y extracción
- 330 Espectrometría de absorción atómica tras filtración (45 µm)
- 340 Extracción a pH neutro mediante cloroformo purificado, evaporación en vacío y comprobación de peso
- 350 Extracción y comprobación de peso
- 360 Extracción y cromatografía
- 370 Filtración en membrana de fibra de vidrio
- 380 Filtración en membrana de 45 µm, secado y comprobación de peso
- 390 Fluorescencia en UV tras cromatografía en capa delgada
- 400 Fluorescencia en UV tras extracción con hexano
- 410 Fotometría con patrones de la escala Platino-Cobalto

- 420 Formacina (Método de)
 - 430 Gravimetría
 - 440 Gravimetría tras extracción por éter de petróleo
 - 450 Inspección visual
 - 460 Kjeldahl (Método)
 - 470 Mineralización, destilación Kjeldahl y determinación de amonio por espectrofotometría de absorción molecular o titulación
 - 480 Nessler (Reactivo de)
 - 490 Paranitranilina (Método de)
 - 500 Polarografía
 - 510 Secchi (Método de)
 - 520 Sílice (Método de)
 - 530 Termometría
 - 535 Titulación
 - 540 Titulación (Método de Mohr)
 - 550 Winkler (Método de)
-

**3 NORMAS OFICIALES MEXICANAS (NOM)
 Y NORMAS MEXICANAS (NM)**

La Ley Federal sobre Metrología y Normalización publicada el 1° de julio de 1992 establece que las dependencias competentes expedirán las normas oficiales mexicanas (NOM), de carácter obligatorio y cuya finalidad es establecer:

- Las características y/o especificaciones que deban reunir los productos, procesos y servicios, cuando éstos puedan constituir un riesgo para la seguridad de las personas o dañar la salud humana, animal, vegetal, el medio ambiente general y laboral, o para la preservación de los recursos naturales;

- Las características y/o especificaciones relacionadas con los instrumentos para medir, los patrones de medida y sus métodos de medición, verificación, calibración y trazabilidad;

- Las características y/o especificaciones, criterios y procedimientos que permitan proteger y promover el mejoramiento del medio ambiente y los ecosistemas, así como la preservación de los recursos naturales;

- Los métodos de prueba y/o procedimientos para comprobar las especificaciones y el equipo y materiales adecuados para efectuar las pruebas correspondientes, así como los procedimientos de muestreo.

"En la elaboración de normas oficiales mexicanas participarán, ejerciendo sus respectivas atribuciones, las dependencias a quienes corresponda la regulación o control del producto, servicio, método, proceso o instalación, actividad o materia a normalizarse".

"Todos los productos, procesos, métodos, instalaciones, servicios o actividades, deberán cumplir con las normas oficiales mexicanas. Cuando un producto o servicio deba cumplir una determinada norma oficial mexicana, sus similares a importarse deberán cumplir las especificaciones establecidas en dicha norma".

* NOTA: Anterior a la entrada en vigor de esta ley, las normas que establecen los límites máximos permisibles y el procedimiento para la determinación de contaminantes en las descargas de aguas residuales, recibían el nombre de Normas Técnicas Ecológicas (NTE) y las normas que establecen los métodos para determinar los parámetros en dichas aguas, eran Normas Oficiales Mexicanas.

Al momento de desarrollar este trabajo, la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial todavía no modifica la denominación de normas técnicas ecológicas (NTE) y normas oficiales mexicanas (NOM) por la de normas oficiales mexicanas (NOM) y normas mexicanas (NM), respectivamente.

"Los productores, fabricantes y los prestadores de servicios sujetos a normas oficiales mexicanas deberán mantener sistemas de control de calidad compatibles con las normas aplicables. También estarán obligados a verificar sistemáticamente las especificaciones del producto o servicio y su proceso, utilizando equipo suficiente y adecuado de laboratorio y el método de prueba apropiado, así como llevar un control estadístico de la producción en forma tal, que objetivamente se aprecie el cumplimiento de dichas especificaciones".

En la misma ley se especifica que las normas mexicanas (NM) constituyen referencias para determinar la calidad de los productos y servicios de que se trate. Dichas normas son emitidas por los organismos nacionales de normalización y por la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial (en áreas no cubiertas por los primeros).

3.1 Normas Mexicanas sobre análisis de aguas

- NOM-AA-004-1977. Determinación de sólidos sedimentables en agua
- NOM-AA-005-1980. Aguas - Determinación de grasas y aceites
- NOM-AA-006-1973. Determinación de materia flotante en aguas residuales
- NOM-AA-007-1980. Determinación de la temperatura
- NOM-AA-008-1980. Aguas - Determinación del pH
- NOM-AA-012-1980. Aguas - Determinación de oxígeno disuelto
- NOM-AA-017-1980. Aguas - Determinación de color
- NOM-AA-020-1980. Aguas - Determinación de sólidos disueltos totales
- NOM-AA-026-1980. Aguas - Determinación de nitrógeno total
- NOM-AA-028-1981. Análisis de agua - Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno
- NOM-AA-029-1981. Aguas - Determinación de fósforo total
- NOM-AA-030-1981. Análisis de agua - Determinación de la demanda química de oxígeno
- NOM-AA-034-1981. Análisis de agua - Determinación de sólidos
- NOM-AA-036-1980. Aguas - Determinación de acidez total y alcalinidad total
- NOM-AA-038-1981. Análisis de agua - Determinación de turbiedad
- NOM-AA-039-1980. Aguas - Determinación de sustancias activas al azul de metileno (detergentes)
- NOM-AA-044-1981. Análisis de agua - Determinación de cromo hexavalente (método colorimétrico)
- NOM-AA-045-1981. Análisis de agua - Determinación de color (escala platino-cobalto)
- NOM-AA-046-1981. Análisis de agua - Determinación de arsénico - Método espectrofotométrico
- NOM-AA-050-1981. Análisis de agua - Determinación de fenoles
- NOM-AA-051-1981. Análisis de agua - Determinación de metales - Método espectrofotométrico de absorción atómica
- NOM-AA-053-1981. Análisis de agua - Determinación de materia extraíble con cloroformo
- NOM-AA-057-1981. Análisis de agua - Determinación de plomo - Método colorimétrico de la ditizona
- NOM-AA-058-1982. Análisis de agua - Determinación de cianuros
- NOM-AA-060-1981. Análisis de agua - Determinación de cadmio - Método colorimétrico de la ditizona
- NOM-AA-063-1981. Análisis de agua - Determinación de boro - Método potenciométrico
- NOM-AA-064-1981. Análisis de agua - Determinación de mercurio - Método colorimétrico de ditizona
- NOM-AA-065-1981. Análisis de agua - Determinación de selenio - Método colorimétrico
- NOM-AA-066-1981. Análisis de agua - Determinación de cobre - Método colorimétrico de la neocupróina
- NOM-AA-071-1981. Análisis de agua - Determinación de plaguicidas organoclorados - Método de cromatografía de gases
- NOM-AA-072-1981. Análisis de agua - Determinación de dureza - Método con EDTA
- NOM-AA-073-1981. Análisis de agua - Determinación de cloruros - Método argentométrico

- NOM-AA-074-1981. Análisis de agua - Determinación del ión sulfato
- NOM-AA-075-1982. Análisis de agua - Determinación de sílice
- NOM-AA-076-1982. Análisis de agua - Determinación de níquel
- NOM-AA-077-1982. Análisis de agua - Determinación de fluoruros
- NOM-AA-078-1982. Análisis de agua - Determinación de zinc
- NOM-AA-079-1986. Protección al ambiente - Contaminación de agua - Determinación de nitrógeno de nitrato - Método del sulfato de brucina
- NOM-AA-081-1986. Contaminación del agua - Determinación de nitrógeno de nitrato en agua marina - Método de reducción de nitrato a nitrito en columna de cadmio-cobre
- NOM-AA-082-1986. Contaminación del agua - Determinación de nitrógeno de nitrato - Método espectrofotométrico ultravioleta
- NOM-AA-083-1982. Análisis de agua - Determinación de olor
- NOM-AA-084-1982. Análisis de agua - Determinación de sulfuros
- NOM-AA-093-1984. Protección al ambiente - Contaminación del agua - Determinación de la conductividad eléctrica
- NOM-AA-099-1987. Protección al ambiente - Calidad del agua - Determinación de nitrógeno de nitritos en agua
- NOM-AA-100-1987. Calidad del agua - Determinación de cloro total - Método yodométrico
- NOM-AA-101-1984. Análisis de agua - Estroncio radioactivo en agua - Método de prueba
-

4 Matriz de los métodos considerados por las normas mexicanas
y por las normas internacionales

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Acenafteno			610 625	
Acenaftileno			610 625	
Acidez	AA-035-1980		70508	
Acrido- nitrilo			603	
Acroleina			603	
Alcalinidad	AA-035-1980		00410	
Aldrin			608 625	
Aluminio			01105	010 220
Amonio		5664:1984 6778:1984 7150-1:1984 7150-2:1986	00610	260
Antimonio			01097	
Antraceno			610 625	
Arsénico	AA-046-1981 AA-051-1981	6595:1982	00995 00997 01002	260 300
Bario	AA-051-1981		01007	300
Benceno			602 624	
Bencidina			605	
Benzo(a) antraceno			610 625	

PARAMETRO	N	M	I S O	E P A	C E E
Benzo(b) fluoranteno				610 625	
Benzo(k) fluoranteno				610 625	
Benzo(a) pireno				610 625	
Benzo(gi) perileno				610 625	
Berilio				01012	
α -BHC				608	
β -BHC				608 625	
δ -BHC				608 625	
γ -BHC				608	
Biodegradabi- dad aeróbica "última" de compuestos orgánicos			7827:1984		
Bis(2-cloro- etil) éter				611 625	
Bis(2-cloro- etoxi)metano				611 625	
Bis(2-cloro- isopropil)éter				611 625	
Bis(2-etil- hexil)ftalato				606 625	
Boro		AA-063-1981		01022	260 300
Bromodicloro metano				601 624	
4-Bromofenil fenil éter				611 625	

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Bromoformo			601 624	
Bromometano			601 624	
Bromuro			71870	
Butil bencil ftalato			606	
Cadmio	AA-051-1981 AA-060-1981	5961:1985 8288:1986	01027	300 500
Calcio		6058:1984 7980:1986	00910 00916	010 080
Calcio y magnesio		6059:1984		
Carbono Orgánico Total (COT)		8245:1987	00680 00681	
Cianuro	AA-058-1982	6703-1:1984 6703-2:1984 6703-3:1984 6703-4:1985	00720 00722	260
Clordano			608 625	
Cloro	AA-100-1987	7393-1:1985 7393-2:1985 7393-3:1986	50060	
Clorobenceno			601 602 624	
Cloroetano			601 624	
2-Cloroetil vinil eter			601 624	
4-Clorofenil fenil eter			611 625	

PARAMETRO	N H	I S O	E P A	C E E
2-Clorofenol			604 625	
Cloroformo			601 624	
Clorometano			601 624	
4-Cloro-3- metilfenol			604 625	
2-Cloro naftaleno			612 625	
Cloruro	AA-073-1981	9297:1989	00940	260 540
Cloruro de metileno			601 624	
Cloruro de Vinilo			601 624	
Cobalto		8288:1986	01037	
Cobre	AA-051-1981 AA-066-1981	8288:1986	01042	260 300 500
Color	AA-017-1980 AA-045-1981	7887:1985	00080	410
Conductividad eléctrica	AA-093-1984	7888:1985	00095	190
Criseno			610 625	
Cromo	AA-044-1981 AA-051-1981		01034	260 300
4, 4'-DDD	AA-071-1981		608 625	
4, 4'-DDE	AA-071-1981		608 625	
4, 4'-DDT			608 625	

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Demanda bio- química de oxígeno (DBO)	AA-028-1981	5815:1989	00310	140
Demanda quí- mica de oxí- geno (DQO)	AA-030-1981	6060:1989	00335 00340	150
Detergentes	AA-039-1980		38260	260
Dibenzo(a,h) antraceno			610 625	
Dibromo clorometano			601 624	
1,2-Dicloro benceno			601 602 612 624 625	
1,3-Dicloro benceno			601 602 612 624 625	
1,4-Dicloro benceno			601 602 612 624 625	
3,3'-Dicloro bencidina			605 625	
1,1-Dicloro etano			601 624	
1,2-Dicloro etano			601 624	
1,1-Dicloro eteno			601 624	
trans-1,2- Dicloroeteno			601 624	

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
2,4-Dicloro fenol			604	
Diclorodi- fluorometano			601	
1,2-Dicloro propano			601 624	
cis-1,3-Di- cloropropeno			601 624	
trans-1,3-Di cloropropeno			601 624	
Dicofol (keltano)	AA-071-1981			
Dieldrin	AA-071-1981		608 625	120
Dietil ftalato			606 625	
2,4-Dimetil fenol			604 625	
Dimetil ftalato			606 625	
Di-n-butil ftalato			606 625	
2,4-Dinitro fenol			604 625	
2,4-Dinitro tolueno			609 625	
2,6-Dinitro tolueno			609 625	
Di-n-octil ftalato			606 625	
Dureza	AA-072-1981		00900	080
Endosulfano I			608	

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Endosulfano II			608	
Endrin	AA-071-1981		608	
Endrin aldehido			608 625	
Estaño			01102	
Estroncio	AA-101-1984			
Etilbenceno			602 624	
Fenantreno			610 625	
Fenol	AA-050-1981	6439:1984	604 625 32730	040 260 490
Fluoranteno			610 625	
Fluoreno			610 625	
Fluoruro	AA-077-1982		00950 00951	180 270
Fósforo	AA-029-1981	6878-1:1986	00665 00666 00667 00669 00670 00671 00672 00673 00674 00675 00676 70507	260
Grasas y Aceites	AA-005-1980		00550 00556 00560	

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Halógenos orgánicos adsorbibles (AOX)		9562:1989		
Heptacloro	AA-071-1981		608 625	
Heptacloro epóxido	AA-071-1981		608 625	
Hexacloro benceno			612 625	
Hexacloro butadieno			612 625	
Hexaclorociclo-pentadieno			612	
Hexacloro etano			612 625	
Hidrocarburos disueltos o en emulsión				290 440
Hierro		6332:1988	01045	280 330
Indeno(1,2,3-cd) pireno			610 625	
Isoforona			609 625	
Lindano (γ -HCH)	AA-071-1981			
Lindano (β -HCH)	AA-071-1981			
Magnesio		7980:1986	00927	010
Manganeso		6333:1986	01055	260 300
Materia extraíble c/ cloroformo	AA-053-1981			

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Materia Flotante	AA-006-1973			
Mercurio	AA-051-1981 AA-064-1981	5666-1:1983 5666-2:1983 5666-3:1984	71900	310
2-Metil-4,6-dinitrofenol			604 625	
Metoxicloro	AA-071-1981			
Molibdeno			01062	
Naftaleno			610 625	
Níquel	AA-051-1982 AA-076-1982	8288:1986	01067	
Nitrato	AA-079-1986 AA-081-1986 AA-082-1986	7890-1:1986 7890-2:1986 7890-3:1988	00620 00630	180 260
Nitrito	AA-099-1987	6777:1984	00615 00630	260
Nitrobenceno			609 625	
2-Nitrofenol			604 625	
4-Nitrofenol			604 625	
Nitrógeno	AA-026-1980	5663:1984	00625	470
N-Nitroso difenilamina			607	
N-Nitroso dimetilamina			607	
N-Nitrosodi-n-propilamina			607 625	
Olor	AA-083-1982		00085 00086	170

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Oxígeno disuelto	AA-012-1980	5813:1983 5814:1984	00299 00300	210 550
PCB-1016			608 625	
PCB-1221			608 625	
PCB-1232			608 625	
PCB-1242			608 625	
PCB-1248			608 625	
PCB-1254			608 625	
PCB-1260			608 625	
Pentacloro fenol			604 624	
Permanganato (índice de)		8457:1986		
pH	AA-008-1980		00400	190
Pireno			610 625	
Plaguicidas Organo-clorados	AA-071-1981			120
Plata			01077	
Plomo	AA-051-1981 AA-057-1981	8288:1986	01051	300 500
Potasio			00937	010

PARAMETRO	N	M	I S O	E P A	C E E
Residuos				00500 00505 00520 00530 00535 70300	
Selenio	AA-051-1981			01147	300
	AA-065-1981				
Silice	AA-075-1982			00955	220
Sodio				00929	010
Sólidos	AA-034-1981				
Sólidos Disueltos	AA-020-1980				
Sólidos Se- dimentables	AA-004-1977			50086	060 380
Sulfatos	AA-074-1981			00945	090 260 430
Sulfato de endosulfano				608 625	
Sulfitos				00740	
Sulfuros	AA-084-1982			00745 00746	
Surfactantes			7875-1:1984 7875-2:1984		
Sustancias extraíbles c/ cloroformo					340
2,3,7,8-TCDD				613	
Talio				01059	
Temperatura	AA-007-1980			00010	530
1,1,2,2-Tetra cloroetano				601 624	

PARAMETRO	N M	I S O	E P A	C E E
Tetracloro etano			601 624	
Tetracloruro de carbono			601 624	
Titanio			01152	
Tolueno			602 624	
Toxafeno	AA-071-1981		608 625	
1,2,4-Tri- clorobenceno			612 625	
1,1,1-Tri- cloroetano			601 624	
1,1,2-Tri- cloroetano			601 624	
Tricloro etano			601 624	
2,4,6-Tri- clorofenol			604 625	
Tricloro fluorometano			601 624	
Tritio		9698:1989		
Turbiedad	AA-038-1981	7027:1984	00076	420 510 520
Vanadio			01087	
Yoduro			71865	
Zinc	AA-051-1982 AA-078-1982	8288:1986	01092	260 300

5 PROPUESTA

Corresponde a las dependencias de la administración pública federal y a los organismos nacionales de normalización elaborar los anteproyectos de normas oficiales mexicanas y normas mexicanas y someterlos a los comités consultivos nacionales de normalización.

"Las dependencias pueden requerir de fabricantes, prestadores de servicios, consumidores o centros de investigación, la información necesaria para la elaboración de normas oficiales mexicanas".

Como se dijo anteriormente, para la elaboración de normas oficiales mexicanas deberán tomarse en consideración las normas mexicanas y/o las emitidas por organismos internacionales reconocidos por el gobierno mexicano.

Asimismo, "corresponde a la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, mantener el inventario de las normas oficiales mexicanas y normas mexicanas, así como de las normas internacionales y de otros países".

Con base en lo anterior y considerando la problemática nacional en materia de contaminación hídrica, que se manifiesta en las normas oficiales mexicanas que establecen los límites máximos permisibles en las descargas de aguas residuales provenientes de diferentes industrias y servicios, en este trabajo se considera conveniente proponer, los siguientes métodos para el análisis de aguas residuales industriales, tomados de las normas emitidas por la Organización Internacional de Normalización (ISO):

- Análisis de aguas - Determinación de hierro - Método fotométrico utilizando 1,10-fenantrolina;
- Calidad del agua - Determinación de manganeso - Método espectrométrico a la formaldoxima;
- Calidad del agua - Determinación de amonio - Parte 1: Método espectrométrico manual;
- Calidad del agua - Determinación de cloro libre y cloro total - Parte 1: Método de titulación empleando N,N-dietil-1,4-fenilenediamina;
- Calidad del agua - Determinación de fósforo - Parte 1: Método espectrométrico con molibdato de amonio.

METODOS

5.1 ANALISIS DE AGUA - DETERMINACION DE HIERRO - METODO FOTOMETRICO UTILIZANDO 1,10-FENANTROLINA

1 Alcance y campo de aplicación

Esta Norma Internacional especifica un método fotométrico con 1,10-fenantrolina para la determinación de hierro en aguas y aguas residuales. Se describen los procedimientos para la determinación de hierro total, hierro total soluble en medio ácido, hierro disuelto total y, si se requiere, hierro(II) y hierro(III) solubles en medio ácido y disueltos.

El método es aplicable a la determinación de concentraciones de hierro entre 0.01 y 5 mg/L. Las concentraciones de hierro arriba de 5 mg/L deben determinarse después de la adecuada dilución de la muestra.

2 Referencia

ISO 5667/1, Calidad del agua - Muestreo - Parte 1: Guía para el diseño de programas de muestreo.

3 Principio ¹⁾

Adición de una solución de 1,10-fenantrolina a una alícuota de prueba y medición fotométrica del complejo rojo-naranja a una longitud de onda de, aproximadamente, 510 nm.

Si se determina hierro total, hierro soluble en medio ácido total y hierro disuelto total, se adiciona cloruro de hidroxilamina para reducir el hierro(III) a hierro(II). Si están presentes hierro insoluble, óxidos de hierro o complejos de hierro, es necesario un pretratamiento para llevar tales compuestos a la solución.

El complejo hierro(II)-1,10-fenantrolina es estable en un intervalo de pH de 2.5 a 9 y la intensidad del color es proporcional a la cantidad de hierro(II) presente. La relación entre la concentración y la absorbancia es lineal hasta una concentración de 5.0 mg de hierro por litro. La máxima absorbancia ocurre a aproximadamente 510 nm [el coeficiente de absorción molar es 11×10^3 L/(mol cm)].

4 Reactivos

Utilizar sólo reactivos de grado analítico reconocido.

El agua utilizada deberá tener una concentración de hierro tan baja como sea posible; se acepta una concentración de hierro medible en los reactivos, a condición de que la concentración más baja a determinar sea al menos tres veces la desviación normal de

1) Para posibles fuentes de interferencia y métodos para su remoción, ver 7.2.1.2 y la cláusula 10.

los resultados predeterminados en las determinaciones sobre blancos. Se ha encontrado que el agua deionizada o el agua destilada en aparato completamente de vidrio, son las adecuadas.

4.1 Buffer de acetatos

Disolver 40 g de acetato de amonio ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) y 50 mL de ácido acético glacial (CH_3COOH) ($\rho = 1.06 \text{ g/mL}$) en agua y diluir a 100 mL con agua.

4.2 Eter di-isopropílico [$(\text{CH}_3)_2\text{CH} - \text{O} - \text{CH}(\text{CH}_3)_2$]. ($\rho = 0.72 \text{ g/mL}$), libre de alcohol, punto de ebullición entre 67 y 69 °C.

4.3 Solución de ácido clorhídrico, $\rho = 1.125 \text{ g/mL}$, $c(\text{HCl}) = 7.7 \text{ mol/L}$.

4.4 Cloruro de hidroxilamina, solución con 100 g/L.

Disolver 10 g de cloruro de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) en agua y diluir a 100 mL.

Esta solución es estable al menos por una semana.

4.5 Acido nítrico, concentrado, $\rho = 1.40 \text{ g/mL}$.

4.6 Solución de 1,10-fenantrolina

Disolver 0.5 g de cloruro de 1,10-fenantrolinio (monohidratado) ($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$) en agua y diluir a 100 mL.

Alternativamente, disolver 0.42 g de monohidrato de 1,10-fenantrolina ($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$) en 100 mL de agua conteniendo 2 gotas de ácido clorhídrico (3.3).

Esta solución es estable por una semana si se almacena en la oscuridad.

4.7 Peroxodisulfato de potasio, solución de 40 g/L.

Disolver 4 g de peroxodisulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) en agua y diluir a 100 mL.

Esta solución es estable por varias semanas si se almacena a temperatura ambiente en un frasco de vidrio oscuro.

4.8 Hierro, solución patrón correspondiente a 0.10 g de hierro por litro.

Pesar 50.0 mg de alambre de hierro (pureza de 99.99 %) en un matraz volumétrico de 500 mL. Adicionar 20 mL de agua, 5 mL de solución de ácido clorhídrico (4.3) y calentar suavemente para disolver. Enfriar y llevar al aforo con agua.

1 mL de esta solución patrón contiene 0.10 mg de hierro.

Esta solución es estable al menos por un mes si se almacena en un frasco resistente de vidrio o plástico.

Pueden emplearse soluciones patrón de hierro comerciales.

4.9 Acido sulfúrico, $\rho = 1.84$ g/mL.

4.10 Solución de ácido sulfúrico, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) \approx 4.5$ mol/L.

Adicionar lentamente y con agitación vigorosa 1 volumen de ácido sulfúrico concentrado (4.9) a 3 volúmenes de agua mientras enfría.

5 Aparatos

Toda la cristalería, incluyendo los recipientes para muestreo, deberán ser lavados con ácido clorhídrico y enjuagados con agua antes de ser usados.

Equipo usual de laboratorio y

5.1 Espectrofotómetro, del tipo prisma o enrejado, apropiado para llevar a cabo mediciones a 510 nm; o espectrómetro fotoeléctrico, equipado con un filtro óptico de paso de banda angosta, que tenga una transmisión máxima en la región de 510 nm.

5.2 Celdas fotométricas, con longitud de trayectoria óptica de por lo menos 10 mm y apropiada para la absorbancia esperada en la solución de prueba.

NOTA - Las celdas con longitud de trayectoria óptica mayor se prefieren para la determinación de concentraciones de hierro menores a 1.0 mg/L.

5.3 Filtro de membrana, con tamaño de poro promedio de 0.45 μm .

6 Muestreo y preparación de las muestras de prueba

ADVERTENCIA - Deberán tomarse las precauciones de seguridad apropiadas cuando se acidulen las muestras, debido a la posibilidad de emisión de gases tóxicos.

6.1 Muestreo

Tomar la muestra de acuerdo con ISO 5667/1 y cualesquiera recomendaciones específicas para el tipo de agua a examinar. Debe emplearse recipientes apropiados, como los de polietileno.

6.2 Hierro total

Acidular la muestra a pH 1 inmediatamente después de colectarla. En general, 1 mL de ácido sulfúrico concentrado (4.9) es suficiente para 100 mL de muestra. Si es necesario, ajustar el pH por adición de ácido sulfúrico diluido (4.10) y tomar en cuenta cualquier dilución en los cálculos finales.

6.3 Hierro total soluble en medio ácido y hierro(II) soluble en medio ácido

Filtrar la muestra acidulada (6.2) a través del filtro de membrana (5.3).

Si se pretende determinar hierro(II), esta filtración debe llevarse a cabo bajo una atmósfera inerte, por ejemplo nitrógeno o dióxido de carbono, a fin de excluir tanto aire como sea posible y así prevenir la oxidación del hierro(II).

Llenar un frasco de vidrio para muestras con el filtrado y continuar hasta que el volumen se haya derramado por lo menos cinco veces. Tapar el frasco inmediatamente con un tapón de vidrio de ajuste hermético.

6.4 Hierro disuelto total

Para separar el hierro disuelto del hierro sin disolver, filtrar la muestra (6.1) inmediatamente después de colectarla, a través del filtro de membrana (5.3) y después acidular a pH 1 (ver 6.2).

7 Procedimiento

7.1 Alícuota de prueba

Tomar, como alícuota de prueba, 50.0 mL de la muestra de prueba acidulada (cláusula 6).

7.2 Preparación de la solución de prueba

7.2.1 Hierro total

Si están presentes hierro sin disolver, óxidos de hierro o complejos de hierro, transferir la alícuota de prueba (7.1) a un matraz resistente al calor y llevar a cabo el siguiente pretratamiento.

7.2.1.1 Oxidación

Adicionar 5 mL de solución de peroxodisulfato de potasio (4.7) y hervir suavemente por aproximadamente 40 minutos, asegurándose que el volumen no disminuya por abajo de los 20 mL. Enfriar y transferir a un matraz volumétrico aforado con capacidad de 50 mL y llevar al aforo con agua.

NOTA - Alternativamente, la mezcla puede introducirse a un autoclave en un frasco cerrado de 100 ml durante 30 minutos, después enfriarse y diluirse a 100 ml. Esta dilución deberá ser tomada en cuenta al calcular los resultados, multiplicando por un factor de 2.

Si la solución es turbia después de la oxidación y antes de la dilución, filtrarla inmediatamente a través del filtro de membrana (5.3) en el matraz volumétrico. Enjuagar el filtro con una pequeña cantidad de agua, adicionando los enjuagues al filtrado y aforando con agua.

7.2.1.2 Remoción de interferencias

Si la remoción de interferencias es necesaria (ver cláusula 10), proceder de la siguiente manera:

Transferir exactamente 10 mL de la solución oxidada (7.2.1.1) a un embudo de separación de 100 mL y adicionar 15 mL de solución de ácido clorhídrico (4.3). Enfriar y extraer tres veces con porciones de éter di-isopropílico (4.2) de 25, 10 y 10 mL respectivamente. Combinar las fases de éter en un segundo embudo de separación y extraer dos veces con porciones de agua de 25 y 10 mL respectivamente. Combinar los extractos acuosos y calentar cuidadosamente para remover los residuos de éter. Enfriar, adicionar 0.5 mL de ácido sulfúrico (4.10) y diluir con agua a 50 mL.

7.2.1.3 Reducción a hierro(II)

Transferir toda la solución de 7.2.1.1 o 7.2.1.2 a un matraz de 100 mL y adicionar 1 mL de solución de cloruro de hidroxilamina (4.4) y mezclar a fondo. Después adicionar 2 mL de buffer de acetatos (4.1) y llevar el pH a un valor entre 3.5 y 5.5, preferiblemente 4.5.

NOTA - La reducción de hierro(III) a hierro(II) procede más efectivamente a pH 1. Sin embargo, la solución buffer deberá añadirse al final.

7.2.2 Hierro total soluble en medio ácido y hierro disuelto total

Tratar la muestra de prueba de 6.2 o 6.3 de acuerdo al procedimiento descrito en 7.2.1. Si se sabe que la muestra contiene hierro solamente en forma de hierro(III), el paso de la oxidación puede omitirse.

7.2.3 Hierro(II) soluble en medio ácido y hierro(II) disuelto

Transferir la alícuota de prueba (7.1) a un matraz de 100 mL, adicionar 2 mL de buffer de acetatos y mezclar a fondo. El pH de la mezcla deberá estar entre 3.5 y 5.5, preferiblemente 4.5.

7.2.4 Hierro(III) soluble en medio ácido y hierro(III) disuelto

La concentración de hierro(III) soluble en medio ácido o de hierro(III) disuelto se deriva de la diferencia entre la concentración presente de hierro determinada en 7.2.2 y la concentración dada de hierro(II) determinada en 7.2.3.

7.3 Determinación sobre un blanco

Preparar la solución para la determinación sobre el blanco usando exactamente el mismo procedimiento que para la muestra de prueba, pero reemplazando los 50 mL de la alícuota de prueba con 50 mL de agua.

7.4 Calibración

7.4.1 Preparación de las soluciones de referencia

Preparar una serie de soluciones de hierro de referencia para cubrir un intervalo de concentraciones adecuado a la concentración de hierro esperada para la muestra de prueba, transfiriendo volúmenes exactamente conocidos de la solución patrón de hierro (4.8) a una serie de matraces volumétricos aforados, cada uno con capacidad de 50 mL. Adicionar 0.5 mL de ácido sulfúrico diluido (4.10) a cada matraz y aforar con agua.

Tratar una serie de soluciones de hierro de referencia en una manera similar a las soluciones de prueba, de acuerdo al procedimiento apropiado para cada forma de hierro a determinar (ver 7.2).

7.4.2 Formación del compuesto absorbente

Adicionar 2 mL de solución de 1,10-fenantrolina (4.6) a cada solución (7.4.1) y colocarlos en la oscuridad durante 15 minutos.

7.4.3 Mediciones fotométricas

Medir la absorbancia de las soluciones de 7.4.2 utilizando el espectrofotómetro o el espectrómetro (5.1) a 510 nm, empleando agua en la celda de referencia.

7.4.4 Trazo de las gráficas de calibración

Para cada serie de soluciones para calibración preparar una gráfica de calibración, trazando la concentración de hierro de la solución de prueba en miligramos por litro como abscisas contra la correspondiente absorbancia medida como ordenada.

Se requiere una curva de calibración por separado para cada forma de hierro, así como para los diferentes instrumentos fotométricos y para las diversas longitudes de trayectoria óptica de celda.

7.4.5 Frecuencia de la calibración

Verificar periódicamente la calibración, especialmente para cada nuevo grupo de reactivos.

7.5 Determinación

7.5.1 Formación del compuesto absorbente

Tanto a la solución de prueba (7.2) como a la solución para la determinación sobre el blanco (7.3), adicionar 2 mL de solución de 1,10-fenantrolina (4.6) y colocarlas en la oscuridad durante 15 minutos.

7.5.2 Mediciones fotométricas

Medir la absorbancia de las soluciones de 7.5.1 utilizando el espectrofotómetro o el espectrómetro (5.1) a 510 nm empleando agua en la celda de referencia.

NOTA - El coeficiente de absorción molar es 11×10^3 L/(mol.cm).

8 Expresión de los resultados

8.1 Cálculo

La concentración de hierro, ρ , expresada en miligramos por litro, de la muestra está dada por la ecuación

$$\rho = f(A_1 - A_0)$$

donde

f es la pendiente de la gráfica de calibración (7.4.4);

A_1 es la absorbancia de la solución de prueba (7.5.2)

A_0 es la absorbancia de la solución para determinación sobre el blanco (7.5.2).

NOTA - El volumen del ácido sulfúrico adicionado a la muestra deberá tomarse en consideración en los cálculos.

8.2 Informe de los resultados

Informar los resultados indicando la forma de hierro determinada:

a) a la aproximación de 0.001 mg/L para concentraciones de hierro de 0.010 a 0.100 mg/L;

b) a la aproximación de 0.01 mg/L para concentraciones de hierro mayores de 0.100 mg/L y hasta 10 mg/L;

c) a la aproximación de 0.1 mg/L para concentraciones de hierro mayores de 10 mg/L.

9 Precisión

Ver la tabla

10 Interferencias

Las determinaciones de las concentraciones de hierro usando 1,10-fenantrolina están relativamente libres de interferencias en comparación con otros métodos que utilizan diferentes reactivos. Debe notarse lo siguiente:

El cobre, el cobalto, el cromo y el zinc interfieren si están presentes en concentraciones de diez veces la concentración del hierro. El níquel interfiere si está presente en concentraciones que exceden los 2 mg/L. Estas interferencias se evitan ajustando el pH en un valor entre 3.5 y 5.3.

Tabla - Datos estadísticos de la reproducibilidad del método

Concentración de hierro mg/L	Laboratorio	Longitud de la trayectoria mm (1)	Valor medio de 30 resultados mg/L	Desviación normal mg/L
0.010	1	100	0.010	0.002
	2	--	0.010	0
	3	50	0.010	0.001
	4	10	0.010	0.011
	5	--	0.010	0.000
0.040	5	--	0.041	0.002
0.050	1	100	0.046	0.005
	2	--	0.048	0.004
	3	--	0.045	0.0046
	4	10	0.048	0.011
0.100	1	50	0.104	0.015
	2	--	0.102	0.004
	3	--	0.096	0.006
	4	10	0.101	0.014
	5	--	0.099	0.006
0.500	1	50	0.48	0.025
	2	--	0.500	0.012
	3	--	0.494	0.005
	4	10	0.498	0.016
1.000	1	10	0.97	0.05
	2	--	1.003	0.008
	3	--	1.009	0.006
	4	10	1.004	0.019
	5	--	1.018	0.004
2.000	1	10	2.05	0.07
	3	--	2.016	0.008
	4	10	1.994	0.017
4.000	1	10	4.02	0.08
	3	--	3.989	0.013
	4	10	3.968	0.033
	5	--	4.003	0.019
5.000	1	10	5.01	0.07
	5	--	5.032	0.015

(1) Donde la longitud de trayectoria no está indicada, dicho valor no fué especificado por el laboratorio.

El bismuto y la plata precipitan con 1,10-fenantrolina y la solución de prueba puede estar completamente libre de sus iones. El cadmio y el mercurio también forman precipitados, pero si están presentes en bajas concentraciones, una interferencia apreciable es eliminada por adición de un exceso de 1,10-fenantrolina.

Los cianuros interfieren en la determinación, pero generalmente se remueven por acidulación de la muestra, excepto en el caso de ciertos cianuros complejos.

ADVERTENCIA - La acidulación de las muestras que contienen iones cianuro o sulfito debe ser llevada a cabo con cuidado, debido a la formación de vapores altamente tóxicos

La acidulación de la muestra también convierte los pirofosfatos y los polifosfatos a ortofosfatos, los cuales no interfieren a concentraciones de PO_4^{3-} hasta de diez veces la concentración del hierro. Si están presentes altas concentraciones, es necesario aislar el hierro como se describe en 7.2.1.2.

El nitrato de aluminio puede adicionarse para desplazar al hierro de los complejos con otros aniones, tales como el fosfato, en cuya forma el hierro será lento para reaccionar.

Las interferencias generalmente se remueven por el procedimiento descrito en 7.2.1.2.

NOTA - No es posible incluir detalles para eliminar todas las interferencias que pueden presentarse al aplicar este método, particularmente en aguas altamente contaminadas y aguas residuales industriales. El método puede adaptarse de acuerdo al tipo de muestra. En algunos casos, dependiendo de la composición de la muestra, puede requerirse un tratamiento de cenizas apropiado, por ejemplo cenizas húmedas con ácidos sulfúrico y nítrico, o cenizas secas, en un horno a una temperatura que no exceda los 700 °C. En presencia de altas concentraciones de cloruros pueden ocurrir pérdidas en el hierro.

11 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la siguiente información:

- a) una identificación de la muestra;
- b) la referencia del método usado;
- c) los resultados y el método de expresión utilizado;
- d) el método de eliminación de interferencias;
- e) cualquier característica inusual notada durante la determinación;
- f) cualquier operación no especificada en esta Norma Internacional, o considerada como opcional.

5.2 CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACION DE MANGANESO - METODO ESPECTROMETRICO A LA FORMALDOXIMA

0 Introducción

En agua que contiene oxígeno, la mayor parte del manganeso estará presente como formas sin disolver, frecuentemente asociadas con microorganismos y como complejos con ácido húmico, por ejemplo. Si el agua está libre de oxígeno o es fuertemente ácida, todo el manganeso estará presente en formas disueltas.

1 Alcance y campo de aplicación

Esta Norma Internacional especifica un método espectrométrico a la formaldoxima para la determinación de manganeso total (incluyendo manganeso disuelto, suspendido y ligado orgánicamente) en aguas superficiales y para beber.

El método es aplicable a la determinación de concentraciones de manganeso entre 0.01 mg/L y 5 mg/L. Las concentraciones de manganeso arriba de 5 mg/L, deberán determinarse después de la adecuada dilución de la muestra.

Para conocer posibles interferencias, ver la cláusula 8.

NOTA - Este método no es aplicable a aguas altamente contaminadas, como ciertas aguas residuales industriales.

2 Principio

Adición de una solución de formaldoxima a una alícuota de prueba y medición espectrométrica del complejo rojo-naranja a una longitud de onda de aproximadamente 450 nm.

Si está presente el manganeso suspendido o ligado orgánicamente, se requiere un pretratamiento para convertir el manganeso a formas capaces de reaccionar con la formaldoxima.

El complejo manganeso-formaldoxima es estable a valores de pH entre 9.5 y 10.5 y la intensidad del color producido es proporcional a la cantidad de manganeso presente. La relación entre la concentración y la absorbancia es lineal hasta una concentración de 5 mg/L. La absorbancia máxima ocurre a aproximadamente 450 nm (coeficiente de absorbancia molar específica de 11×10^3 L/mol.cm).

3 Reactivos

ADVERTENCIA - Los reactivos descritos en 3.4, 3.5.1 y 3.5.3 deberán considerarse especialmente peligrosos. Las operaciones peligrosas deberán llevarse a cabo en una campana purificadora. Se tendrá cuidado para evitar la ingestión o inhalación de vapores y proteger las manos, ojos y cara. Se emplearán guantes y gafas protectoras y cualquier sospecha de contaminación de la piel será

lavada inmediatamente. La inhalación de vapores de formaldehído y formaldoxima resultarán en severa irritación y edema del tracto respiratorio superior.

Durante el análisis, usar sólo reactivos de grado analítico reconocido y agua deionizada o agua destilada en aparato completamente de vidrio, con un contenido de manganeso tan bajo como sea posible.

3.1 Reactivo oxidante

Peroxodisulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) o peroxodisulfato de sodio ($Na_2S_2O_8$).

3.2 Sulfito de sodio (Na_2SO_3) anhidro

3.3 EDTA, sal tetrasódica, solución, $c(EDTA) = 0.24 \text{ mol/L}$

Disolver 90 g de ácido etilendinitrilotetraacético disódico (Na_2EDTA) dihidratado ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) y 19 g de hidróxido de sodio (NaOH) en agua y diluir a 1000 mL.

Alternativamente, disolver 109 g de ácido etilendinitrilotetraacético tetrasódico (Na_4EDTA) tetrahidratado ($C_{10}H_{12}N_2Na_4O_8 \cdot 4H_2O$) o 100 g de ácido etilendinitrilotetraacético tetrasódico dihidratado ($C_{10}H_{14}N_2Na_4O_8 \cdot 2H_2O$) en agua y diluir a 1000 mL.

3.4 Solución de Formaldoxima

Disolver 10 g de cloruro de hidroxilamonio (NH_3OHCl) en aproximadamente 50 mL de agua. Adicionar 5 mL de solución de metanal (HCHO) (formaldehído) al 35% (m/m) ($\rho = 1.08 \text{ g/mL}$) y diluir con agua a 100 mL.

Mantener el frasco en lugar fresco y oscuro. La solución tiene una vida útil de un mes al menos.

3.5 solución de cloruro de hidroxilamonio/amoniaco

3.5.1 solución de cloruro de hidroxilamonio $c(NH_3OHCl) = 6 \text{ mol/L}$

Disolver 42 g de cloruro de hidroxilamonio en agua y diluir a 100 mL.

3.5.2 solución amoniaca, $c(NH_3) = 4.7 \text{ mol/L}$

Diluir 70 mL de amonia concentrada ($\rho = 0.91 \text{ g/mL}$) con agua a 200 mL.

3.5.3 Preparación

Mezclar volúmenes iguales de la solución amoniaca (3.5.2) y de la solución de cloruro de hidroxilamonio (3.5.1).

3.6 solución de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado, $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, 700 mg/L.

3.6.1 Acido sulfúrico, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 3 \text{ mol/L}$

Adicionar cuidadosamente 170 mL de ácido sulfúrico concentrado ($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$) a 750 mL de agua. Dejar enfriar y diluir a 1000 mL.

Esta solución está disponible comercialmente (H_2SO_4 , $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$).

3.6.2 Preparación

Disolver en agua 700 mg de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado, adicionar 1 mL de ácido sulfúrico (3.6.1) y diluir a 1000 mL.

3.7 solución de hidróxido de sodio, $c(\text{NaOH}) = 4 \text{ mol/L}$

Disolver 160 g de hidróxido de sodio en agua y diluir a 1000 mL.

3.8 Manganeso, solución patrón, correspondiente a 100 mg de Mn por litro

Disolver 308 mg de sulfato de manganeso monohidratado ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en agua en un matraz volumétrico aforado de 1000 mL. Agregar 10 mL de ácido sulfúrico (3.6.1), aforar con agua y mezclar.

1 mL de esta solución patrón contiene 0.1 mg de Mn.

También pueden emplearse soluciones patrón disponibles comercialmente.

4 Aparatos

El equipo normal de laboratorio y

4.1 Espectrómetro, con selectores para variación continua (tipo prismático o enrejado) o variación discontinua (filtro óptico de paso de banda angosta) capaz de medir la absorbancia a aproximadamente 450 nm, equipado con celdas de longitudes de trayectoria óptica hasta de 100 mm (para concentraciones de manganeso menores a 0.3 mg/L) y 10 mm (para concentraciones de manganeso arriba de 0.3 mg/L).

4.2 Frascos de vidrio, con capacidad para 100 mL, provistos de tapones de vidrio esmerilado y abrazaderas metálicas o con tapas atornilladas de plástico incoloro, adecuados para autoclave.

4.3 Autoclave u olla a presión, capaz de mantener una temperatura de 120 °C y una presión de 200 kPa.

NOTA PARA LA PREPARACION DE LA CRISTALERIA, ETC.

Todos los artículos de vidrio y los recipientes para muestreo deberán lavarse con ácido clorhídrico (HCl) de 1 mol/L aproximadamente y enjuagarse con agua antes de usarse.

5 Muestreo y muestras

ADVERTENCIA - Tomar las precauciones de seguridad adecuadas cuando se acidulen las muestras, debido a la posibilidad de desprendimiento de gases tóxicos.

Colectar la muestra en un recipiente de polietileno, cloruro de polivinilo o vidrio y acidularla con ácido sulfúrico (3.6.1) hasta un pH aproximado de 1, pero no menor. Esta acidulación minimiza la absorción de manganeso en las paredes del recipiente y también ayuda en la disolución de manganeso en formas coloidales y particulares.

6 Procedimiento

6.1 Alícuota de prueba

Tomar como la porción de prueba 50 mL, o una alícuota cuidadosamente medida y diluida a 50 mL, de la muestra de prueba acidulada que contenga menos de 0.25 mg de manganeso (5 mg/L).

6.2 Preparación de la solución de prueba

Si está presente el manganeso ligado orgánicamente o suspendido, agregar 225 ± 25 mg de reactivo oxidante (3.1) a la alícuota de prueba (6.1). La oxidación puede llevarse a cabo en una de las siguientes formas:

a) Introducir la mezcla en el autoclave durante 30 minutos en un frasco (4.2); enfriar y adicionar aproximadamente 0.5 g de sulfito de sodio (3.2) para reducir las sustancias oxidantes;

b) Hervir la mezcla en un matraz cónico durante aproximadamente 40 minutos; enfriar y transferir la mezcla a un matraz volumétrico aforado de 50 mL, aforar con agua y agregar aproximadamente 0.5 g de sulfito de sodio para reducir las sustancias oxidantes.

El sistema de autoclave es preferible en el caso de muestras que contienen ácidos húmicos.

Si el procedimiento no se va a continuar inmediatamente, la muestra pretratada puede guardarse toda la noche.

NOTA - Durante el pretratamiento se destruye cualquier turbiedad y color. Si la experiencia ha demostrado que no se requiere esta etapa de pretratamiento, por ejemplo en muchos casos de agua para beber, puede omitirse.

6.3 Prueba del blanco

Llevar a cabo la prueba del blanco en paralelo con la determinación, reemplazando la alícuota de prueba por 50 mL de agua. Si la absorbancia del blanco difiere significativamente de la absorbancia extrapolada del miembro cero (6.4.4), deberán investigarse las razones de esta diferencia.

6.4 Calibración

6.4.1 Preparación de la serie de soluciones para calibración

Intervalo A: 0 a 0.5 mg/L de manganeso

Diluir 5 ± 0.05 mL de solución patrón de manganeso (3.8) a 1000 mL con agua en un matraz aforado de 1000 mL. A una serie de 5 matraces aforados de 50 mL adicionar 0, 10, 20, 30 y 40 mL de esta solución de manganeso diluida y aforar con agua. Con esto se obtienen soluciones patrón para calibración de 0, 0.1, 0.2, 0.3 y 0.4 mg/L de manganeso.

Intervalo B: 0 a 5 mg/L de manganeso

Diluir 50 ± 0.5 mL de solución patrón de manganeso (3.8) a 1000 mL con agua en un matraz aforado de 1000 mL. A una serie de 5 matraces aforados de 50 mL adicionar 0, 10, 20, 30 y 40 mL de esta solución de manganeso diluida y aforar con agua. Con esto se obtienen soluciones patrón para calibración de 0, 1, 2, 3 y 4 mg/L de manganeso.

6.4.2 Desarrollo del color

Agregar 1 mL de solución de sulfato ferroso amoniacal (3.6) y 2 mL de solución de EDTA (3.3) a cada una de las soluciones. Después de mezclar, adicionar 1 mL de solución de formaldoxima (3.4) e inmediatamente agregar 2 mL de solución de hidróxido de sodio (3.7).

Mezclar las soluciones y dejarlas reposar de 5 a 10 minutos, entonces adicionar, mientras se mezcla, 3 mL de solución de cloruro de hidroxilamonio/amoníaco y dejarlas reposar al menos durante 1 hora.

6.4.3 Mediciones espectrométricas

Entre 1 y 4 horas después del desarrollo del color, medir las absorbancias de las soluciones usando el espectrómetro a una longitud de onda de 450 nm contra agua como referencia. Para soluciones de calibración en el intervalo A (0 a 0.5 mg/L de manganeso) utilizar celdas de 100 mm de longitud de trayectoria óptica y para el intervalo B (0 a 5 mg/L de manganeso) emplear celdas de 10 mm de longitud de trayectoria óptica.

6.4.4 Trazo de la gráfica de calibración

Para cada serie de soluciones de calibración, preparar una gráfica de calibración trazando la concentración de manganeso, expresada en miligramos por litro, de la solución como abscisa contra la correspondiente absorbancia como ordenada. Es esencial obtener una gráfica de calibración lineal. El factor de calibración, f , es el recíproco de la pendiente de la gráfica de calibración.

La intersección de la gráfica de calibración en las ordenadas da la absorbancia extrapolada del miembro cero de la serie de soluciones para calibración.

El factor de calibración también puede calcularse por análisis de regresión.

6.4.5 Frecuencia de calibración

Cada gráfica deberá verificarse periódicamente, especialmente cuando se utilicen nuevos reactivos, para garantizar la repetibilidad.

6.5 Determinación

6.5.1 Desarrollo del color

Proceder de acuerdo con 6.4.2, pero usando la solución de prueba (6.2) en lugar de las soluciones para calibración.

Si se ha pretratado la solución de prueba (ver 6.2), incrementar la cantidad de solución de hidróxido de sodio (3.7) de 2 a 2.5 mL.

6.5.2 Mediciones espectrométricas

Ver 6.4.3.

7 Expresión de los resultados

7.1 Cálculos

La concentración de manganeso, ρ_{Mn} , expresada en miligramos por litro, está dada por la fórmula:

$$\rho_{Mn} = f(A_1 - A_0)q$$

donde

f es el factor de calibración apropiado para una gráfica de calibración en particular, elegido y derivado como se establece en 6.4.4, expresado en miligramos por litro;

A_1 es la absorbancia de la solución de prueba (6.5.2);

A_0 es la absorbancia extrapolada del miembro cero (6.4.4);

q es un factor dado por la fórmula:

$$q = V_1/V_2$$

V₁ es el volumen máximo, en mililitros, de la porción de prueba (aquí 50 mL);

V₂ es el volumen, en mililitros, de la porción de prueba, si es que fué tomada una alícuota.

NOTA - En el cálculo, deberá tomarse en consideración el volumen de ácido añadido (cláusula 5) a la muestra.

Informe de resultados

a) A una aproximación de 0.01 mg/L para concentraciones de manganeso de 0.01 a 1 mg/L;

b) A una aproximación de 0.1 mg/L para concentraciones de manganeso mayores de 1 mg/L.

7.2 Precisión

Ver la tabla.

Tabla - Reproducibilidad del método

(Datos derivados de un ensayo efectuado por varios laboratorios en 1982)

Concentración de manganeso (mg/L)	Laboratorio	No. de resultados	Valor medio (mg/L)	Desviación normal (mg/L)
0.050	B	30	0.049	0.003 5
0.100	A	30	0.12	0.025
0.100	B	30	0.099	0.002 1
0.500	B	30	0.497	0.008 5
1.000	A	30	1.01	0.04
1.000	B	30	1.001	0.009 1
2.000	A	30	1.99	0.035
2.000	B	30	2.055	0.011 1
4.000	A	30	4.02	0.047
4.000	B	30	4.198	0.133 3

8 Interferencias

8.1 Los iones de hierro(II) forman un complejo violeta con la formaldoxima, el cual interfiere con la determinación de manganeso. La adición de EDTA (3.3) y de cloruro de hidroxilamonio/amoniacal (3.5) reduce la interferencia; sin embargo, se ha demostrado que el mejor método para superar este efecto es adicionar una cantidad conocida y constante de hierro(II) como sulfato ferroso amoniacal a cada solución para calibración, a la prueba en blanco y a la solución de prueba.

8.2 La presencia de 1 mg de cobalto (Co) por litro da una respuesta equivalente a 40 μ g de manganeso por litro.

8.3 Si el calcio está presente, las concentraciones de ortofosfato arriba de 2 mg de fósforo (P) por litro causan bajos resultados.

8.4 La presencia de calcio y magnesio en concentraciones combinadas arriba de 300 mg/L provoca resultados altos.

8.5 Si hay presencia de turbiedad después de la formación del complejo colorido, centrifugar la solución antes de la medición de la absorbancia (6.4.3).

9 Informe de la prueba

El informe de la prueba deberá incluir la siguiente información:

- a) una referencia de esta Norma Internacional;
- b) una identificación de la muestra;
- c) la referencia del método usado;
- d) los resultados y el método empleado para eliminar cualquier interferencia;
- e) cualquier característica anormal notada durante la determinación;
- f) las operaciones no especificadas en esta Norma Internacional, o consideradas como opcionales.

5.3 CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACION DE AMONIO - PARTE 1 : METODO ESPECTROMETRICO MANUAL

1 Alcance y campo de aplicación

1.1 Sustancia a determinar

Esta parte de ISO 7150 especifica un método espectrométrico manual para la determinación de amonio en agua.

NOTA - Un método espectrométrico automatizado para la determinación de amonio conforma el tema de ISO 7150/2.

1.2 Tipo de muestra

El método es aplicable al análisis de agua potable, agua cruda y aguas residuales. La destilación deberá preceder a la aplicación del método en aguas excesivamente coloreadas o salinas (ver cláusula 10).

Para interferencias ver cláusula 9.

1.3 Intervalo

Puede determinarse una concentración de nitrógeno amoniacal, ρ_N de hasta 1 mg/L, usando una alícuota de prueba máxima de 40 mL. Se puede determinar concentraciones mucho más altas tomando menores alícuotas de prueba.

1.4 Límite de detección (1)

Cuando se usan celdas de longitud de trayectoria óptica de 40 mm y una alícuota de prueba de 40 mL, el límite de detección se encuentra en el intervalo $\rho_N = 0.003$ a 0.008 mg/L.

(1) Datos de una prueba interlaboratorio en el Reino Unido, que involucra cinco participantes.

1.5 Sensibilidad

Si se usa una alícuota de prueba de 40 mL y una celda de trayectoria óptica de 40 mm, una $\rho_N = 0.200$ mg/L da una absorbancia de aproximadamente 0.69 unidades.

Si se usa una alícuota de prueba de 40 mL y una celda de trayectoria óptica de 10 mm, una $\rho_N = 0.750$ mg/L da una absorbancia de aproximadamente 0.65 unidades.

2 Referencia

ISO 5664, Calidad del agua - Determinación de amonio - Método de destilación y titulación.

3 Principio

Medición espectrométrica a aproximadamente 655 nm del compuesto azul formado por la reacción de amonio con iones salicilato e hipoclorito en presencia de nitrosopentacianoferrato sódico(III) (nitroprusiato sódico).

Los iones hipoclorito se generan *in situ* por la hidrólisis alcalina de N, N'-dicloro-1,3,5-triazina-2,4,6 (1H, 3H, 5H)-triona, sal sódica (dicloroisocianurato sódico). La reacción de la cloramina con salicilato sódico se lleva a cabo a pH 12.6 en presencia de nitroprusiato sódico. Como consecuencia, se determinarán cuantitativamente todas las cloraminas presentes en la muestra. El citrato de sodio se incorpora en los reactivos para enmascarar las interferencias de los cationes, notablemente calcio y magnesio.

4 Reactivos

Durante el análisis, usar sólo reactivos de grado analítico reconocido y agua preparada como se describe en 4.1.

4.1 Agua, libre de amonio, preparada por uno de los siguientes métodos

4.1.1 Método de intercambio iónico

Pasar agua destilada a través de una columna de resina de intercambio catiónico fuertemente acidulante (en el ciclo de hidrógeno) y colectar el eluato en un frasco de vidrio provisto de un tapón de vidrio de ajuste hermético. Adicionar aproximadamente 10 g de la misma resina a cada litro de eluato colectado para propósitos de almacenamiento.

4.1.2 Método de destilación

Adicionar 0.10 ± 0.01 mL de ácido sulfúrico ($\rho = 1.84$ g/mL) a 1000 ± 10 mL de agua destilada y redestilar en un aparato completamente de vidrio. Descargar los primeros 50 mL de destilado y después colectar el destilado en un frasco de vidrio provisto de un tapón de vidrio de ajuste hermético. Adicionar aproximadamente 10 g de resina de intercambio catiónico fuertemente acidulante (en el ciclo de hidrógeno) a cada litro de destilado colectado.

4.2 Reactivo colorido

Disolver 130 ± 1 g de salicilato sódico ($C_7H_6O_3Na$) y 130 ± 1 g de citrato trisódico dihidratado ($C_6H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$) en agua (4.1) en un matraz volumétrico aforado de 1000 mL. Adicionar agua suficiente para obtener un volumen líquido total de aproximadamente 950 mL y después agregar 0.970 ± 0.005 g de nitrosopentacianoferrato(III) sódico dihidratado {nitroprusiato sódico, $[Fe(CN)_5NO]Na_2 \cdot 2H_2O$ }. Disolver el sólido y después aforar a la marca con agua.

Almacenado en un frasco de vidrio ámbar, este reactivo es estable por lo menos durante dos semanas.

4.3 Dicloroisocianurato sódico, solución

Disolver 32.0 ± 0.1 g de hidróxido de sodio en 500 ± 50 mL de agua (4.1). Enfriar la solución a temperatura ambiente y adicionar 2.00 ± 0.02 g de dicloroisocianurato sódico dihidratado ($C_3N_3O_3Cl_2Na \cdot 2H_2O$) a la solución. Disolver el sólido y transferir cuantitativamente la solución a un matraz aforado de 1000 mL. Aforar a la marca con agua.

Almacenado en un frasco de vidrio ámbar, este reactivo es estable por lo menos durante dos semanas.

4.4 Nitrógeno amoniacal, solución patrón, $\rho_N = 1000$ mg/L

Disolver 3.819 ± 0.004 g de cloruro de amonio (secado a $105^\circ C$ al menos durante 2 horas) en aproximadamente 80 mL de agua (4.1) en un matraz aforado de 1000 mL. Aforar a la marca con agua.

1 mL de esta solución patrón contiene 1 mg de nitrógeno amoniacal.

Almacenado en un frasco de vidrio tapado, esta solución es estable por lo menos durante un mes.

4.5 Nitrógeno amoniacal, solución patrón, $\rho_N = 100$ mg/L

Pipetear 100 mL de la solución patrón de nitrógeno amoniacal (4.4) dentro de un matraz aforado de 1000 mL. Diluir a la marca con agua.

1 mL de esta solución patrón contiene 0.1 mg de nitrógeno amoniacal.

Almacenado en un frasco de vidrio tapado, esta solución es estable por una semana.

4.6 Nitrógeno amoniacal, solución patrón, $\rho_N = 1$ mg/L

Pipetear 1 mL de la solución patrón de nitrógeno amoniacal (4.5) dentro de un matraz aforado de 100 mL. Diluir a la marca con agua.

1 mL de esta solución patrón contiene 1 μg de nitrógeno amoniacal.

Preparar esta solución inmediatamente antes de usarla.

4.7 Solución limpiadora

Disolver 100 ± 2 g de hidróxido de potasio en 100 ± 2 mL de agua. Enfriar la solución y adicionar 900 ± 50 mL de etanol al 95 % (V/V).

Almacenar la solución en un frasco de polietileno.

5 Aparatos

Aparatos de laboratorio ordinarios y

5.1 Espectrómetro, capaz de operar a una longitud de onda de 655 nm con celdas de longitud de paso óptico entre 10 y 50 mm.

5.2 Baño de agua o incubadora, capaz de mantenerse a 25 ± 1 °C.

NOTA PARA LA LIMPIEZA DE LA CRISTALERIA

Todos los artículos de cristal deberán limpiarse escrupulosamente empleando la solución limpiadora (4.7) seguida por un enjuague a fondo con agua (4.1).

6 Muestreo y muestras

Las muestras de laboratorio deberán colectarse en frascos de polietileno o vidrio. Deberán analizarse tan rápidamente como sea posible, o bien, almacenarse a una temperatura entre 2 y 5 °C hasta ser analizadas. La acidulación con ácido sulfúrico a $\text{pH} < 2$ también puede emplearse como una ayuda para la preservación, evitando la posible contaminación de la muestra acidulada por absorción de amoníaco atmosférico.

7 Procedimiento

7.1 Alícuota de prueba

El volumen máximo de la alícuota de prueba es 40 mL, el cual puede usarse para la determinación de concentraciones de nitrógeno amoniacal hasta de $\rho_N = 1$ mg/L.

Las alícuotas de prueba menores pueden usarse apropiadamente a fin de alojar concentraciones de nitrógeno amoniacal mucho mayores. Las muestras de laboratorio que contengan materia suspendida deberán dejarse asentar o filtrarse por gravedad a través de una malla de fibra de vidrio pre-lavada, antes de tomar la alícuota de prueba. Alternativamente, puede emplearse la destilación previa de la muestra (ver cláusula 10).

7.2 Preparación de la solución de prueba

Pipetear la alícuota de prueba (7.1) dentro de un matraz aforado de 50 mL y, si es necesario, diluir a 40 ± 1 mL con agua (4.1).

7.3 Determinación

7.3.1 Formación del compuesto absorbente

Adicionar 4.00 ± 0.05 mL de reactivo colorido (4.2) y mezclar bien. Después, adicionar 4.00 ± 0.05 mL de solución de dicloroisocianurato de sodio (4.3) y mezclar perfectamente.

NOTA - Después de esta adición, el pH de la solución deberá ser 12.6 ± 0.1 . Los extremos de acidez o alcalinidad en la muestra pueden causar desviaciones.

Aforar con agua (4.1). Agitar el matraz a fondo y colocarlo en el baño de agua (5.2) mantenido a 25 ± 1 °C.

NOTA - Pueden usarse otras temperaturas en el baño de agua, pero todas las determinaciones y calibraciones deben llevarse a cabo a la misma temperatura (con ± 1 K).

7.3.2 Mediciones espectrométricas

Después de al menos 60 minutos, remover el matraz del baño de agua y medir la absorbancia de la solución a la longitud de onda de máxima absorbancia, aproximadamente 655 nm, en una celda de longitud de trayectoria apropiada contra agua (4.1) en la celda de referencia.

NOTA - La longitud de onda de máxima absorbancia deberá verificarse cuando este método sea usado por primera vez y utilizado en todas las determinaciones subsiguientes.

7.4 Prueba en blanco

Proceder como se describe en 7.2 y 7.3, pero usando 40 ± 1 mL de agua (4.1) en vez de la alícuota de prueba.

7.5 Calibración

7.5.1 Preparación de la serie de soluciones para calibración

A una serie de nueve matraces aforados de 50 mL adicionar, por medio de una bureta, los volúmenes de solución patrón de nitrógeno amoniacal (4.6) mostrados en la tabla 1.

Adicionar agua (4.1) hasta tener un volumen de 40 ± 1 mL si es necesario.

7.5.2 Formación del compuesto absorbente

Ver 7.3.1.

7.5.3 Mediciones espectrométricas

Proceder de acuerdo a 7.3.2 usando la(s) longitud(es) de onda especificada(s) en la tabla 1 para mediciones de absorbancia.

7.5.4 Trazado de la gráfica de calibración

Sustraer la absorbancia del miembro cero de las absorbancias obtenidas con las otras soluciones para calibración. Trazar una gráfica de absorbancia contra masa de nitrógeno amoniacal, m_{NH} , para cada longitud de trayectoria de celda. Esta gráfica deberá ser lineal y pasar por el origen.

Tabla 1 - Volúmenes de solución patrón para usarse en las series de calibración

Volúmen de solución patrón (4.6) mL	Masa de nitrógeno amoniacal, MN μg	Longitud de trayectoria de la celda mm
0.00*	0	10 y 40**
2.00	2	40
4.00	4	40
6.00	6	40
8.00	8	40
10.00	10	10
20.00	20	10
30.00	30	10
40.00	40	10

* El miembro cero.

** Pueden usarse celdas con longitud de trayectoria de 50 mm.

8 Expresión de los resultados

8.1 Método de cálculo

La absorbancia debida al amonio en la alícuota de prueba, A_r , está dada por la ecuación

$$A_r = A_s - A_b$$

donde

A_s es la absorbancia de la solución de prueba (7.3.2);

A_b es la absorbancia de la solución de prueba en blanco (7.4).

NOTA - A_s y A_b deberán medirse en celdas de la misma longitud de trayectoria para una muestra particular.

El contenido de nitrógeno amoniacal, ρ_N , en miligramos por litro, está dado por la fórmula

$$mN/V$$

donde

mN es la masa, en microgramos, de nitrógeno amoniacal, determinada a partir de A_r y de la gráfica de calibración (7.5.4) para la longitud de trayectoria de la celda apropiada;

V es el volumen de la alícuota de prueba, en mililitros.

Ver la tabla 2 para la conversión de ρ_N a concentraciones de amoníaco y amonio.

Tabla 2 - Tabla de conversión

	ρ_N mg/L	ρ_{NH_3} mg/L	$\rho_{NH_4^+}$ mg/L	$c(NH_4^+)$ mg/L
$\rho_N = 1$ mg/L	1	1.216	1.288	71.4
$\rho_{NH_3} = 1$ mg/L	0.823	1	1.059	58.7
$\rho_{NH_4^+} = 1$ mg/L	0.777	0.944	1	55.4
$c(NH_4^+) = 1$ μ mol/L	0.014	0.017	0.018	1

Ejemplo:

Una concentración de ión amonio, $\rho_{NH_4^+}$, de 1 mg/L corresponde a una concentración de nitrógeno de 0.777 mg/L.

8.2 Precisión

La repetibilidad y la reproducibilidad de las desviaciones normales se determinaron como se muestra en la tabla 3.

9 Interferencias

Se ha probado un intervalo de sustancias que a menudo se encuentran en las muestras acuosas, como posibles interferencias en este método. En el anexo A se dan amplios detalles. Las únicas interferencias serias que se han encontrado son aquellas de la anilina y de la etanolamina y representa la interferencia que se espera de las aminas primarias en general. Sin embargo, tales sustancias se encuentran rara vez en concentraciones apreciables en las muestras acuosas.

Los extremos de acidez o alcalinidad interferirán con la formación del compuesto absorbente, así como la presencia de cualquier sustancia que cause reducción de los iones hipoclorito, aunque la aparición de estas circunstancias es improbable en la mayoría de las muestras acuosas. En tales circunstancias, debe adoptarse el procedimiento referido en la cláusula 10.

En muestras salinas, la interferencia por precipitación de magnesio se eleva cuando se excede la capacidad complejante del citrato en los reactivos. Por esta razón es necesaria la destilación preliminar (ver cláusula 10).

Tabla 3 - Repetibilidad y reproducibilidad de las desviaciones normales

Muestra	Concentración de nitrógeno amoniacal ρ_N mg/L	Longitud de trayectoria de celda mm	Desviación normal, S	
			Repetibilidad mg/L	Reproducibilidad mg/L
solución patrón	0.150	40	0.002***	--
solución patrón	1.00	10	0.005 a 0.025†	0.015 a 0.038†
solución patrón	5.00	10	0.036***	--
agua	0.217	40	0.002†	0.004 a 0.010†
efluente	0.877	10	0.007 a 0.027†	0.009 a 0.027†

* Dato del Reino Unido.

** Todos los volúmenes de las alícuotas de prueba fueron 40 ml, excepto para la solución patrón de 5.00 mg/l, para la cual fue de 5.0 ml.

*** Resultado de un laboratorio; 9 grados de libertad.

† Los valores menor y mayor de un ejercicio entre laboratorios involucran cinco participantes. Todos los valores llenen 9 grados de libertad.

10 Casos especiales

Cuando las muestras están coloreadas o son salinas excesivamente, de tal forma que son probables los errores en las mediciones de absorbancia, o cuando es probable la interferencia de altas concentraciones de magnesio o cloruros, la muestra de prueba deberá prepararse por destilación. Deberá seguirse el procedimiento que se da en ISO 5664, notando que la colección del destilado se hará en ácido clorhídrico al 1% (V/V). Después, el destilado deberá neutralizarse y llevarse a un volumen, V_2 , medido en mililitros. También se anotará el volumen de la muestra tomada para la destilación, V_1 , en mililitros.

La muestra de prueba así preparada, podrá analizarse como se describe en la cláusula 7. Sin embargo, el resultado será la concentración de nitrógeno amoniacal en la muestra de prueba. La concentración en la muestra original está dada por la fórmula.

$$\rho_N = V_2/V_1$$

donde

ρ_{N1} es el resultado en la muestra de prueba;
 V_1 y V_2 son los definidos arriba.

11 Notas para el procedimiento

11.1 Generales

La determinación de bajas concentraciones de amonio es particularmente susceptible a interferencias causadas por la presencia de trazas de amonio en el medio ambiente analítico. Mientras que la atención cuidadosa de todas las instrucciones que se dan en esta parte de ISO 7150 minimizará esta susceptibilidad,

sin embargo, permanece la posibilidad de resultados con interferencia. A continuación se presentan dos métodos para obtener un indicio de posibles interferencias.

11.2 Monitoreo del blanco y valores de absorbancia normales en la calibración

Los valores de absorbancia reales (medidos contra agua en la celda de referencia) obtenidos por la solución de prueba en blanco y las series de calibración deberán anotarse cada vez que se emplee el método. Este registro de valores facilitará el reconocimiento de cualquier desviación. Tal desviación será a causa de la contaminación con amonio, de la solución para la prueba en blanco o de las series de calibración, o por una deficiencia en uno o más de los reactivos. En cualquiera de los casos, deberán adoptarse medidas para remediarlos. El Anexo B cita los valores típicos obtenidos en una práctica entre laboratorios.

11.3 Comprobación de la exactitud de los resultados analíticos

Cuando se emplea este método por primera vez, debe obtenerse un estimado de la desviación normal total (con al menos 9 grados de libertad) en la determinación de una solución patrón de nitrógeno amoniacal para control, con una concentración de aproximadamente 50% de la solución de calibración más concentrada.

Esta solución patrón para control no se usará para propósitos de calibración.

Una alícuota de esta solución patrón para control deberá analizarse con cada uno de los subsecuentes lotes de determinaciones; la calibración se llevará a cabo con las series para calibración. La concentración determinada de esta solución patrón para control se hallará dentro del intervalo de concentraciones

$$\rho_{N2} \pm 3 S_1$$

donde

ρ_{N2} es la concentración de la solución;
 S_1 es la desviación normal predeterminada para la solución patrón de control.

Si no se alcanza este criterio en alguno de los los lotes de análisis, se investigarán las razones de los prejuicios así revelados y se repetirá el lote de análisis.

Después de haber realizado por lo menos 20 determinaciones más de esta solución patrón para control, con todos los valores coincidiendo con el criterio de arriba, aquellos valores se usarán para recalcular el valor de S_1 para uso subsecuente.

12 Informe de la prueba

El informe de la prueba incluirá la siguiente información:

- a) una referencia a esta parte de ISO 7150;
- b) toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra;
- c) los detalles del almacenamiento y la preservación de la muestra de laboratorio antes del análisis;
- d) un informe de la reproducibilidad alcanzada;
- e) los resultados y el método de expresión usado;
- f) los detalles de todas las operaciones no incluidas en esta parte de ISO 7150, o consideradas como opcionales, junto con cualquier circunstancia que pueda haber afectado los resultados.

Anexo A

Efecto de otras sustancias en pH^*

Sustancia	Concentración de una alícuota de prueba de 40 mL		Efectos de la sustancia en pH , mg/L		
			pH real*** (mg/L)		
	pB^{**}	mg/L	0.000	0.200	0.500
Cloruro de sodio	p_{Cl}	1000	+0.002	+0.013	+0.033
Bicarbonato de sodio	p_{HCO_3}	1000	+0.002	+0.002	-0.025
Ortofosfato de sodio	p_{PO_4}	100	0.000	-0.001	-0.015
Sulfato de sodio	p_{SO_4}	500	0.000	+0.001	--
Fluoruro de potasio	p_F	5	+0.002	-0.001	--
Nitrato de potasio	p_N	50	+0.006	+0.002	--
Silicato de sodio	p_{SiO_2}	50	+0.003	0.000	--
Tiosulfato de sodio	$p_{S_2O_3}$	10	-0.001	+0.007	--
Cianuro de potasio	p_{CN}	5	+0.002	+0.019	+0.016
Cloruro de calcio	p_{Ca}	500	0.000	+0.013	-0.001
Acetato de magnesio	p_{Mg}	50	+0.004	-0.009	+0.002
Sulfato de fierro (III)	p_{Fe}	10	+0.001	+0.003	--
Sulfato de aluminio	p_{Al}	5	0.000	+0.008	--
Sulfato de cobre	p_{Cu}	5	+0.003	+0.011	--
Sulfato de zinc	p_{Zn}	5	+0.003	+0.006	--
Acetato de plomo	p_{Pb}	5	+0.001	+0.016	+0.011
Anilina	$p_{C_6H_5NH_2}$	1	± 0.040	± 0.040	--
Etanolamina	$p_{NH_2C_2H_4OH}$	1	+0.164	+0.114	--

Anexo B

Valores de absorbancia típicos* para las soluciones blanco y patrón

Concentración de la solución ρ_N	longitud de trayectoria de la celda	Absorbancia**			
		Lab. 1	Lab. 2	Lab. 3	Lab. 4
0.000	40	0.07	0.12	0.09	0.06
0.050	40	0.26	--	0.22	0.24
0.500	10	0.50	0.48	0.38	0.45

* Datos del Reino Unido.

** Los valores de absorbancia son promedios obtenidos durante un ejercicio entre laboratorios, durante 5 días.

5.4 CALIDAD DEL AGUA -DETERMINACION DE CLORO LIBRE Y CLORO TOTAL-
PARTE 1: METODO DE TITULACION EMPLEANDO
N,N-DIETIL-1,4-FENILENEDIAMINA.

0 Intoducción

ISO 7393 consiste de las siguientes partes:

Parte 1: Método de titulación usando N,N-dietil-1,4-fenilenediamina.

Parte 2: Método colorimétrico empleando N,N-dietil-1,4-fenilenediamina, destinado a control de rutina.

Parte 3: Método de titulación yodométrica para la determinación de cloro total.¹⁾

1 Alcance y campo de aplicación

Esta parte de ISO 7393 especifica un método de titulación para la determinación de cloro libre y cloro total en agua.

El agua de mar y las aguas que contienen bromuros y yoduros comprenden ²⁾un grupo para el cual se requieren procedimientos especiales.

Este método se aplica para concentraciones, en términos de cloro (Cl₂), de 0.0004 a 0.07 mmol/L (0.03 a 5 mg/L) de cloro total y a altas concentraciones por dilución de las muestras. ISO 7393/3 también puede emplearse para concentraciones arriba de 0.07 mmol/L.

En el anexo A se presenta un procedimiento para la diferenciación del cloro combinado del tipo monocloramina, cloro combinado del tipo dicloramina y cloro combinado en la forma de tricloruro de nitrógeno.

Varios compuestos influyen en la determinación que se especifica en esta parte de ISO 7393. Las interferencias se anotan en las cláusulas 7 y 9.

2 Definiciones (ver tabla 1)

Para los propósitos de esta parte de ISO 7393 se aplican las siguientes definiciones :

2.1 Cloro libre: Cloro presente en la forma de ácido hipocloroso, ión hipoclorito o cloro elemental disuelto.

2.2 Cloro combinado: La fracción de cloro total presente en la forma de cloraminas y cloraminas orgánicas.

2.3 Cloro total: Cloro presente en la forma de "cloro libre" o "cloro combinado" o ambas.

2.4 Cloraminas: Derivados del amoníaco por sustitución de uno, dos o tres átomos de hidrógeno con átomos de cloro (monocloramina

NH_2Cl , dicloramina NHCl_2 , tricloruro de nitrógeno NCl_3) y todos los derivados clorados de los compuestos orgánicos nitrogenados, como los que se determinan por el método especificado en esta parte de ISO 7393.

3 Principio

3.1 Determinación de cloro libre

Reacción directa con la N,N-dietil-1,4-fenilenediamina (DPD) y formación de un compuesto rojo a pH 6.2 a 6.5. Titulación por medio de una solución patrón de sulfato ferroso amoniacal hasta la desaparición del color rojo.

3.2 Determinación de cloro total

Reacción con DPD en presencia de un exceso de yoduro de potasio y titulación posterior como se indica en 3.1.

4 Reactivos

Durante el análisis, utilizar únicamente reactivos de reconocido grado analítico y agua como la que se especifica en 4.1.

4.1 Agua, libre de sustancias oxidantes y reductoras.

Agua demineralizada o destilada, cuya calidad se verifica como sigue.

En dos matraces cónicos libres de demanda de cloro (cláusula 5) de 250 mL colocar, en orden,

a) en el primero: 100 mL de agua a verificar y aproximadamente 1 g de yoduro de potasio (4.4); mezclar y después de un minuto adicionar 5 mL de solución reguladora (4.2) y 5.0 mL de reactivo de DPD (4.3);

b) en el segundo: 100 mL de agua a verificar y dos gotas de solución de hipoclorito de sodio (4.8); después de dos minutos, 5.0 mL de solución reguladora (4.2) y 5.0 mL de reactivo de DPD (4.3).

Mientras que en el primer matraz no debe aparecer coloración, es esencial que en el segundo matraz aparezca una coloración rosa brillante.

En caso de que el agua demineralizada o destilada no tenga la calidad deseada, deberá clorarse. Después de un período de contacto seguido por una dechloración, la calidad ha de verificarse finalmente.

En el anexo B se da un procedimiento para la preparación de agua libre de sustancias oxidantes y reductoras.

4.2 Solución reguladora, pH 6.5

Disolver en agua (4.1) en este orden: 24 g de fosfato ácido disódico anhidro (Na_2HPO_4) o 60.5 g de la forma dodecahidratada ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) y 46 g de fosfato diácido potásico (KH_2PO_4). Adicionar 100 mL de solución con 8 g/L de diácido etilendinitrilotetraacético disódico dihidratado (EDTA disódico dihidratado, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ó 0.8 g de la forma sólida.

Si es necesario, adicionar 0.020 g de cloruro de mercurio (II) (HgCl_2) para prevenir el crecimiento de moho y la interferencia en la prueba de cloro libre disponible, causada por cualquier traza de yoduro en los reactivos.

Diluir a 1000 mL y mezclar.

NOTA - Las soluciones que contengan mercurio deberán emplearse adecuadamente (por ejemplo, se especifica un método en ISO 5790, productos químicos inorgánicos para uso industrial - Método general para la determinación del contenido de cloruros - Método mercurimétrico).

4.3 Sulfato de N,N-dietil-1,4-fenilenediamina (DPD)

$[\text{NH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$, solución con 1.1 g/L

Mezclar 250 mL de agua (4.1), 2 mL de ácido sulfúrico ($\rho=1.84\text{g/mL}$) y 25 mL de solución de 8 g/L de EDTA disódico dihidratado (ó 0.2 g de la forma sólida). En esta mezcla disolver 1.1 g de DPD anhidro o 1.5 g de la forma pentahidratada, diluir a 1000 mL y mezclar.

Almacenar el reactivo en un frasco oscuro protegido del calor.

Renovar la solución después de 1 mes o cuando llegue a decolorarse.

4.4 Yoduro de potasio, cristales

NOTA - Los reactivos 4.2, 4.3 y 4.4 pueden reemplazarse convenientemente por reactivos combinados disponibles comercialmente en forma de polvos o tabletas estables.

4.5 Sulfato ferroso amoniacal, solución stock,
 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0.056 \text{ mol/L}$.

4.5.1 Preparación de la solución

Disolver 22 g de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado (sal de Mohr) en aproximadamente 250 mL de agua (4.1) que contenga 5 mL de ácido sulfúrico ($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$) en un matraz volumétrico aforado de 1000 mL. Aforar con agua y mezclar.

Almacenar en un frasco oscuro.

Normalizar esta solución por medio del procedimiento dado en 4.5.2, cuando se requiera para su uso; o diariamente si han de llevarse a cabo varias determinaciones.

4.5.2 Normalización de la solución

Colocar en un matraz cónico de 250 mL, 50.0 mL de la solución stock (4.5.1.), aproximadamente 50 mL de agua (4.1), 5 mL de ácido ortofosfórico ($\rho = 1.71 \text{ g/mL}$) y 4 gotas de indicador de sulfonato de difenilamina de bario (4.9). Titular con solución de dicromato de potasio (4.10). El punto final se alcanza cuando una gota produce una coloración púrpura intensa que permanece sin cambio después de adicionar más solución de dicromato de potasio. La concentración, C_1 , expresada en milimoles de Cl_2 por litro, de esta solución está dada por la ecuación

$$C_1 = C_2V_2/V_1$$

donde

C_2 es la concentración de la solución patrón de referencia de dicromato de potasio (4.10), $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 100 \text{ mmol/L}$;

V_1 es el volumen, en mililitros, de la solución stock de sulfato ferroso amoniacal (4.5); 50.0 mL;

V_2 es el volumen, en mililitros, de la solución patrón de referencia de dicromato de potasio (4.10) usada en la titulación.

NOTA. Cuando V_2 llegue a ser menor de 22 ml, preparar una solución stock fresca (ver 4.5.1)

4.6 Sulfato ferroso amoniacal, solución volumétrica patrón, $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 2.8 \text{ mmol/L}$

Colocar 50.0 mL de la solución stock recientemente normalizada (4.5.1) en un matraz aforado de 1000 mL. Aforar a la marca con agua (4.1) y mezclar.

Transferir a una botella oscura.

Preparar esta solución cuando se requiera para su uso, o diariamente si han de llevarse a cabo varias determinaciones.

La concentración, C_3 , expresada en milimoles de Cl_2 por litro, de esta solución está dada por la ecuación

$$C_3 = C_1/20$$

donde C_1 es la definida en 4.5.2.

4.7 Arsenito de sodio (NaAsO_2), solución, 2 g/L; o tioacetamida (CH_3CSNH_2), solución, 2.5 g/L.

4.8 Hipoclorito de sodio, solución, [$\rho(\text{Cl}_2)$ aproximadamente 0.1 g/L]

Prepararla por dilución de una solución concentrada de hipoclorito de sodio comercial.

4.9 Sulfonato de difenilamina bórico, solución indicadora, 3 g/L

Disolver 0.3 g de sulfonato de difenilamina bórico [(C₆H₅-NH-C₆H₄-SO₃)₂Ba] en 100 mL de agua.

4.10 Dicromato de potasio, solución patrón de referencia c(1/6 K₂Cr₂O₇) = 100 mmol/L

Pesar hasta una aproximación de miligramo, 4.904 g de dicromato de potasio anhidro. Disolver en agua en un matraz aforado de 1000 mL. Aforar con agua y mezclar.

5 Aparato

Aparatos ordinarios de laboratorio y

microbureta, para mediciones hasta de 5 mL y graduada en divisiones de 0.02 mL.

NOTA PARA LA PREPARACION DE LA CRISTALERIA

La cristalería libre de demanda de cloro se obtiene llenandola con solución de hipoclorito de sodio (4.8) y después de 1 hora enjuagandola copiosamente con agua (4.1). Durante el curso del analisis debiera tenerse un juego de articulos de cristal para la determinacion de cloro libre y otro para la determinacion de cloro total, a fin de evitar la contaminacion del juego para cloro libre.

6 Procedimiento

6.1 Muestra para la prueba

Iniciar la determinación inmediatamente después de tomar las muestras. En todo momento evitar la luz brillante, la agitación y el calor.

6.2 Alícuotas de prueba

Tomar dos alícuotas de prueba, cada una de 100.0 mL. Si la concentración de cloro total excede 70 μmol/L (5 mg/L) es necesario tomar un volumen menor de muestra de prueba y diluir con agua (4.1) a 100.0 mL.

6.3 Determinación de cloro libre

Colocar rápidamente en un matraz cónico de 250 mL en este orden : 5.0 mL de solución amortiguadora (4.2), 5.0 mL de reactivo de DPD (4.3) y la primera alícuota de prueba (6.2). Mezclar y titular inmediatamente hasta la desaparición del color en el punto final, con sulfato ferroso amoniacal (4.6). Anotar el volumen, V₃, en mililitros, usado en la titulación.

En caso de tratarse de una muestra de agua desconocida, posiblemente muy ácida, o muy alcalina o con una alta concentración de sales, es aconsejable verificar que el volumen de

la solución amortiguadora (4.2) adicionada, sea suficiente para impartir al agua un pH de 6.2 a 6.5 .De lo contrario, usar un mayor volúmen de solución amortiguadora (4.2).

6.4 Determinación de cloro total

Colocar rápidamente en un matraz cónico de 250 mL en este orden : 5.0 mL de solución amortiguadora (4.2), 5.0 mL de reactivo de DPD (4.3), la segunda alícuota de prueba (6.2) y aproximadamente 1 g de yoduro de potasio (4.4). Mezclar y después de dos minutos, titular hasta la desaparición del color en el punto final con la solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6). Si durante los siguientes dos minutos se observa el regreso del color, continuar la titulación hasta la desaparición del color en el punto final. Anotar el volúmen, V_4 , en mililitros, usado en la titulación.

En caso de tratarse de una muestra de agua desconocida, posiblemente muy ácida, o muy alcalina o con una alta concentración de sales, es aconsejable verificar que el volúmen de la solución amortiguadora (4.2) adicionada, sea suficiente para impartir al agua un pH de 6.2 a 6.5 . De lo contrario, usar un mayor volúmen de solución amortiguadora (4.2).

7 Corrección de interferencias debidas a la presencia de manganeso oxidado

Determinar el efecto del manganeso oxidado llevando a cabo una determinación suplementaria en una alícuota de prueba (6.2) previamente tratada con la solución de arsenito o tioacetamida (4.7) a fin de neutralizar todos los compuestos diferentes al manganeso oxidado.

Colocar esta alícuota de prueba en un matraz cónico de 250 mL, adicionar 1 mL de la solución de arsenito de sodio o de tioacetamida (4.7) y mezclar. Nuevamente adicionar 5.0 mL de la solución amortiguadora (4.2) y 5.0 mL de reactivo de DPD (4.3). Titular inmediatamente hasta la desaparición del color en el punto final con la solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6). Anotar el volúmen, V_5 , en mililitros, correspondiente al manganeso oxidado.

8.- Expresión de los resultados

8.1. Método de cálculo

8.1.1. Cálculo de la concentración de cloro libre

La concentración de cloro libre, $c(Cl_2)$, expresada en milimoles por litro, está dada por la ecuación

$$c(Cl_2) = C_3(V_3 - V_5) / V_0$$

donde

C_3 es la concentración, expresada en milimoles de Cl_2 por litro, de la solución de sulfato ferroso amoniacal;

V_0 es el volúmen, en mililitros, de la muestra de prueba en la alícuota de prueba (6.2);

V_3 es el volúmen en mililitros, de la solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6) usado en la titulación (6.3);

V_5 es el volúmen, en mililitros de la solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6) usado en la cláusula 7 ($V_5 = 0$ mL en ausencia de manganeso oxidado).

8.1.2 Cálculo de la concentración de cloro total

La concentración de cloro total, $c(\text{Cl}_2)$, expresada en milimoles por litro, está dada por la ecuación :

$$c(\text{Cl}_2) = C_3(V_4 - V_5)/V_0$$

donde

C_3 , V_0 y V_5 son los definidos a 8.1.1

V_4 es el volúmen, en mililitros, de la solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6) usado en la titulación (6.4).

8.2 Conversión de concentración de sustancia a concentración másica

La concentración de cloro expresada en moles por litro puede expresarse en gramos por litro multiplicando por un factor de conversión de 70.91.

8.3 Repetibilidad y reproducibilidad

Para obtener un indicador de la repetibilidad y la reproducibilidad, se toman cantidades de mediciones obtenidas por métodos que en principio son los mismos que el especificado en esta parte de ISO 7393.

El Laboratorio de Monitoreo y Mantenimiento Ambiental de la EPA en Estados Unidos de America¹¹ evaluó el método calorimétrico con los siguientes resultados :

Para muestras en agua destilada a concentraciones de $c(\text{Cl}_2) = 4.79$; 9.17 y 48.6 $\mu\text{mol/L}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0.34$; 0.65 y 3.45 mg/L] de cloro total, las desviaciones normales relativas fueron 5.6 %, 0.5 % y 0.5 % respectivamente. Usando agua potable que contenía $c(\text{Cl}_2) = 13.8$ $\mu\text{mol/L}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0.98$ mg/L] de cloro total, la desviación normal relativa fue 1.2 %. Con aguas más contaminadas se obtuvo casi la misma precisión que con el agua para beber, con la excepción de las aguas residuales crudas donde, con una concentración de cloro total de $c(\text{Cl}_2) = 11.1$ $\mu\text{mol/L}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0.79$ mg/L] , la desviación normal relativa fué 3.3 %

Los resultados publicados por el Departamento Británico del Ambiente¹² muestran desviaciones normales relativas de 1.4 % y 0.88 % para concentraciones de cloro total de $c(\text{Cl}_2) = 14$ y 71 $\mu\text{mol/L}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 1.0$ y 5.0 mg/L], respectivamente.

Los resultados presentados en los párrafos precedentes se refieren a repetir las determinaciones en el mismo laboratorio y así proporcionar una medida de la repetibilidad del método. En el pasado, los intentos por cuantificar la reproducibilidad del método por distribución de muestras a diferentes laboratorios, han producido resultados inconstantes a causa de la inestabilidad general de las soluciones que contienen cloro libre o combinado. Mas recientemente, la Sucursal de Aseguramiento de la Calidad de EMSL - Cincinnati^[5] encontró que el hipoclorito de sodio en agua muy pura en un frasco cerrado herméticamente es marcadamente estable cuando se almacena en la oscuridad dentro de un tubo encapuchado. Evaluaciones subsecuentes que se llevaron a cabo por varios laboratorios federales y estatales en los Estados Unidos de América han producido los parámetros analíticos listados en la tabla 2 , para métodos de uso corriente.

9 Interferencias

Pueden notarse dos tipos de interferencias

9.1 Interferencia por otros compuestos de cloro

Cualquier fracción de dióxido de cloro que puede estar presente, se medirá como libre. Esta interferencia puede corregirse determinando el dióxido de cloro en el agua^[2,3,4]

9.2 Interferencia por compuestos diferentes a compuestos de cloro

Los compuestos de cloro no causan específicamente la oxidación de DPD. Dependiendo de la concentración y el potencial de oxidación químico, otros agentes oxidantes afectan la reacción. En particular pueden mencionarse las siguientes sustancias : bromuro, yoduro, bromoaminas, yodoaminas, ozono, peróxido de hidrógeno, cromato, manganeso oxidado, nitrito, iones hierro (III) y iones cobre. La interferencia se suprime mediante EDTA disódico en los reactivos 4.2 y 4.3 en el caso de iones cobre (II) (< 8 mg/L) y iones hierro (III) (< 20 mg/L).

La interferencia por cromato puede eliminarse por adición de cloruro de bario^[6]

10 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir la siguiente información :

- a) una referencia a esta parte de ISO 7393;
- b) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- c) los resultados y el método de expresión utilizado;
- d) los detalles de cualquier operación no incluida en esta parte de ISO 7393, o considerada como opcional, junto con cualquier circunstancia que pueda afectar los resultados.

BIBLIOGRAFIA

- [1] BENDER, D.F. Comparison of methods for the determination of total available residual chlorine in various sample matrices, Report No. EPA-600/4-78-019. Cincinnati, Ohio 45268, USA, US Environmental Protection Agency, 1978.
- [2] DoE. Chemical Desinfecting Agents in Waters, and Effluents, and Chlorine Demand, Methods for the Examination of Waters and Associated Materials. London, UK, HMSO, 1980.
- [3] PALIN A.T. Methods for the determination in water of free and combined available chlorine, chlorine dioxide and chlorite, bromine, iodine and ozone, using diethyl-p-phenylenediamine. J. Inst. Water Eng. 21 1967 : 537.
- [4] PALIN A.T. Analytical control of water disinfection with special reference to differential DPD methods for chlorine, chlorine dioxide, bromine, iodine and ozone. J. Inst. Water Eng. 28 1974 : 139.
- [5] Studies WS007 and WS008, Cincinnati, Ohio 45268, USA, Quality Assurance Branch, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, US Environmental Protection Agency, 1980.
- [6] PALIN A.T. New correction procedures for chromate interference in the DPD method for residual free and combined chlorine. J. Inst. Water Eng. Sci. 36 1982 : 351.

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

Anexo A

Determinaciones separadas de cloro combinado del tipo monocloramina, cloro combinado del tipo dicloramina y cloro combinado en la forma de tricloruro de nitrógeno

A.1 Aplicabilidad

Este anexo especifica un método para la diferenciación entre el cloro combinado del tipo monocloramina, el cloro combinado del tipo dicloramina y el cloro combinado en forma de tricloruro de nitrógeno. El campo de aplicación del método es el mismo que para concentraciones de cloro libre y cloro total (ver cláusula 1).

A.2 Principio

Titulación de dos nuevas alícuotas de prueba después de la determinación de cloro libre y cloro total.

- a) en la tercera alícuota de prueba, reacción con DPD limitada a cloro libre y cloro combinado del tipo monocloramina por la adición de una pequeña cantidad de yoduro de potasio;
- b) en la cuarta alícuota de prueba, adición de una pequeña cantidad de yoduro de potasio antes de la adición de la solución amortiguadora y del reactivo DPD : reacción con DPD por el cloro libre, por el cloro combinado del tipo monocloramina y una parte del tricloruro de nitrógeno.

El cloro combinado del tipo dicloramina no reacciona en ninguno de estos casos. Cálculo de la concentración de cloro combinado de los tipos monocloramina y dicloramina y la concentración de tricloruro de nitrógeno.

A.3 Reactivos

Los reactivos dados en la cláusula 4 y

Yoduro de potasio, solución, 5 g/L

Preparar esta solución el día que se vaya a utilizar y almacenar en una botella color ámbar.

A.4 Aparato

Ver cláusula 5

A.5 Procedimiento

A.5.1 Muestra para la prueba

Ver 6.1.

A.5.2 Alícuota de prueba

Trabajar con dos alícuotas de prueba de manera similar a la de 6.2

A.5.3 Determinación de cloro libre y cloro combinado del tipo monocloramina

Colocar rápidamente en un matraz cónico en este orden: 5.0 mL de solución amortiguadora (4.2), 5.0 mL de reactivo de DPD (4.3), la tercera alícuota de prueba y dos gotas (aproximadamente 0.1 mL) de solución de yoduro de potasio (cláusula A.3) o un cristal muy pequeño de yoduro de potasio (aproximadamente 0.5 mg) y mezclar. Titular inmediatamente hasta la desaparición del color en el punto final con solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6). Anotar el volumen, V_6 , en mililitros, usado en la titulación.

A.5.4 Determinación de cloro libre, cloro combinado del tipo monocloramina y una parte del tricloruro de nitrógeno.

Colocar en un vaso de precipitados de 250 mL, la cuarta alícuota de prueba y dos gotas (aproximadamente 0.1 mL) de solución de yoduro de potasio (cláusula A.3) o un cristal muy pequeño de yoduro de potasio (aproximadamente 0.5 mg) y mezclar. Transferir el contenido del vaso a un matraz cónico que contenga 5.0 mL de solución amortiguadora (4.2) y 5.0 mL de reactivo de DPD (4.3) adicionados a menos de un minuto previo a la transferencia. Titular inmediatamente hasta la desaparición del color en el punto final con solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6). Anotar el volumen, V_7 , en mililitros, usado en la titulación.

A.6 Expresión de los resultados.

A.6.1 Método de cálculo

A.6.1.1 Cálculo de la concentración de cloro combinado del tipo monocloramina.

La concentración del cloro combinado del tipo monocloramina, $c(\text{Cl}_2)$, expresada en milimoles por litro, está dada por la ecuación:

$$c(\text{Cl}_2) = c_3(V_6 - V_3) / V_0$$

donde

c_3 , V_0 y V_3 son los definidos en la cláusula 8.

V_6 es el volumen, en mililitros, de la solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6) usada en la titulación (A.5.3).

A.6.1.2 Cálculo de la concentración del cloro combinado del tipo dicloramina

La concentración del cloro combinado del tipo dicloramina, $c(\text{Cl}_2)$, expresada en milimoles por litro, esta dado por la ecuación

$$c(\text{Cl}_2) = c_3(V_4 - 2V_7 + V_6) / V_0$$

donde

c_3, V_0 y V_4 son los definidos en la cláusula 8;

V_6 es el definido en A.6.1.1.;

V_7 es el volumen, en mililitros, de la solución de sulfato ferroso amoniacal (4.6) usada en la titulación (A.5.4)

A.6.1.3 Cálculo de la concentración de cloro combinado en la forma de tricloruro de nitrógeno

La concentración de cloro combinado en la forma de tricloruro de nitrógeno, $c(\text{Cl}_2)$, expresada en milimoles por litro, está dada por la ecuación

$$c(\text{Cl}_2) = 2c_3(V_7 - V_6) / V_0$$

donde

c_3 y V_0 son los definidos en la cláusula 8;

V_6 es el definido en A.6.1.1.

V_7 es el definido en A.6.1.2.

A.6.2 Conversión de la concentración de sustancia a concentración másica

La concentración de cloro expresada en moles por litro puede expresarse en gramos por litro multiplicando por un factor de conversión de 70.91.

ANEXO B

Preparación de agua libre de sustancias oxidantes y reductoras

Para obtener agua de dilución con la calidad deseada, primero se clora el agua demineralizada o destilada a un nivel de 0.14 mmol/L (10 mg/L) y se almacena en un recipiente bien tapado, por lo menos durante 16 h. El agua es entonces dechlorada por exposición a radiación UV, exposición a la luz solar por varias horas o por contacto con carbono activado. Finalmente se verifica la calidad usando los procedimientos proporcionados en 4.1.

5.5 CALIDAD DEL AGUA - DETERMINACION DE FOSFORO
PARTE 1 : METODO ESPECTROMETRICO CON MOLIBDATO DE AMONIO

0 Introducción.

Esta parte de ISO 6878 trata de la determinación de compuestos de fósforo presentes en aguas subterráneas, superficiales y residuales en varias concentraciones en estado disuelto y sin disolver.

Un método espectrométrico después de la mineralización con ácido sulfúrico y ácido perclórico, para aguas residuales muy concentradas conformará el tema de ISO 6878/2

1 Alcance y campo de aplicación.

Esta parte de ISO 6878 especifica los métodos para la determinación de:

- ortofosfato (ver sección uno);
- ortofosfato después de una extracción (ver sección dos);
- fosfato hidrolizable más ortofosfato (ver sección tres);
- fósforo soluble total y fósforo total después de la descomposición (ver sección cuatro).

Los métodos son aplicables a todos los tipos de agua, incluyendo aguas marinas y efluentes. Pueden determinarse contenidos de fósforo dentro del intervalo de 0.005 a 0.8 mg de fósforo por litro, sin dilución de las muestras.

Un procedimiento por extracción permite determinar menores concentraciones de fósforo con un límite de detección de aproximadamente 0.0005 mg/L.

Ver el anexo de algunas interferencias conocidas. Puede haber otras y es necesario verificar si alguna de ellas existe y tomar las medidas para removerlas.

2 Principio

Reacción de iones ortofosfato con una solución ácida que contiene iones molibdato y antimonio para formar un complejo fosfomolibdato antimonio.

Reducción del complejo con ácido ascórbico para formar un complejo azul de molibdeno fuertemente coloreado. Medición de la absorbancia de éste para determinar la concentración de ortofosfato presente.

Los polifosfatos y algunos compuestos organofosforados se determinan si antes se convierten a la forma de ortofosfato reactiva al molibdato, por hidrólisis con ácido sulfúrico.

Muchos compuestos organofosforados se convierten a ortofosfato por mineralización con persulfato. La mineralización con ácido nítrico-acido sulfúrico se utiliza si se requiere un tratamiento más eficiente.

Sección uno : Determinación de ortofosfato

3 Reactivos

Durante el análisis, utilizar sólo reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada con un contenido de fosfato que sea insignificante comparado con la concentración más pequeña a determinar en las muestras.

Para bajos contenidos de fosfato se requiere agua bidestilada en aparatos completamente de vidrio. Debe verificarse el agua deionizada de acuerdo a los procedimientos dados en la bibliografía.

3.1 Acido sulfúrico, solución, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9 \text{ mol/L}$

Agregar 500 \pm 5 mL de agua a un matraz de 2 L. Cuidadosamente adicionar, con agitación continua, 500 \pm 5 mL de ácido sulfúrico ($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)

3.2 Acido sulfúrico, solución, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4.5 \text{ mol/L}$

Agregar 500 \pm 5 mL de agua a un matraz de 2 L. Cuidadosamente adicionar, con agitación continua, 500 \pm 5 mL de ácido sulfúrico (3.1) y mezclar perfectamente.

3.3 Acido sulfúrico, solución, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/L}$

Agregar 300 \pm 3 mL de agua a un matraz de 1 L. Cuidadosamente adicionar 110 \pm 2 mL de solución de ácido sulfúrico (3.1), con agitación continua y enfriamiento. Diluir a 500 \pm 2 mL con agua y mezclar perfectamente.

3.4 Hidróxido de sodio, solución, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$

Disolver 80 g de lentejas de hidróxido de sodio en agua, enfriar y diluir a 1 litro con agua.

3.5 Acido ascórbico, solución con 100 g/L

Disolver 10 g de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) en 100 mL de agua.

La solución es estable por 2 semanas si se almacena en un frasco de vidrio ámbar en refrigeración y puede utilizarse mientras permanezca incolora.

3.6 Molibdato ácido, solución I

Disolver 13 g de heptamolibdato de amonio tetrahidratado $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 100 mL de agua. Disolver 0.35 g de tartrato potásico de antimonio hemihidratado $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ en 100 mL de agua.

Adicionar la solución de molibdato a 300 mL de ácido sulfúrico de 9 mol/L (3.1) con agitación continua. Agregar la solución de tartrato y mezclar bien.

El reactivo es estable al menos durante dos meses si se almacena en un frasco de vidrio color ámbar.

3.7 Molibdato ácido, solución II

Añadir 230 mL de ácido sulfúrico de 9 mol/L (3.1) a 70 mL de agua, enfriar y después agregar las soluciones de molibdato y de tartrato como en 3.6.

Este reactivo se utiliza cuando las muestras se acidulan con 1 mL de ácido sulfúrico con concentración de 4.5 mol/L (3.2) por 100 mL (ver secciones tres y cuatro)

El reactivo es estable al menos durante 2 meses.

3.8 Solución de compensación turbiedad-color.

Mezclar dos volúmenes de ácido sulfúrico de 9 mol/L (3.1) con un volumen de ácido ascórbico (3.5).

El reactivo es estable por varias semanas si se almacena en un frasco de vidrio color ámbar en refrigeración.

3.9 Tiosulfato de sodio pentahidratado, solución con 12.0 g/L

Disolver 1.20 g de tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en 100 mL de agua. Agregar aproximadamente 50 mg de carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) como preservativo.

Este reactivo es estable por varias semanas si se almacena en un frasco de vidrio ámbar.

3.10 Ortofosfato, solución stock correspondiente a 50 mg de fósforo por litro.

Secar algunos gramos de fosfato diácido de potasio hasta peso constante a 105°C . Disolver 0.2197 g de KH_2PO_4 en aproximadamente 800 mL de agua en un matraz volumétrico de 1000 mL. Añadir 10 mL de ácido sulfúrico de 4.5 mol/L (3.2) y aforar con agua.

La solución es estable al menos durante 1 semana si se almacena en frasco de vidrio perfectamente cerrado. Se recomienda refrigeración.

3.11 Ortofosfato, solución patrón correspondiente a 2 mg de fósforo por litro.

Pipetear 20 mL de la solución stock de ortofosfato (3.10) en un matraz volumétrico de 500 mL. Aforar con agua.

Preparar esta solución cada vez que se requiera.

1 mL de esta solución patrón contiene 2 μg de fósforo.

4 Aparatos

Aparatos ordinarios de laboratorio y

4.1 Espectrómetro, de tipo prisma o rejilla o tipo filtro, capaz de aceptar celdas ópticas de 10 a 50 mm de grueso.

El espectrómetro elegido deberá ser adecuado para medir absorbancia en las regiones visible e infrarrojo cercano del espectro. La longitud de onda de mayor sensibilidad es 880 nm, sin embargo, si se acepta una disminución de sensibilidad, la absorbancia puede medirse a 700 nm.

NOTA : El límite de detección del método disminuye si se dispone de un espectrometro capaz de aceptar celdas ópticas de 100 mm.

4.2 Soporte para filtro, para sujetar un filtro de membrana con tamaño de poro de 0.45 μm .

NOTA PARA LA PREPARACION DE LA CRISTALERIA

Antes de usarse todos los artículos de cristal deberán lavarse con ácido clorhídrico de 2 mol/L caliente y enjuagarse abundantemente con agua. No usar detergentes que contengan fosfatos.

De preferencia la cristalería deberá usarse solo para la determinación de fósforo. Después de usarse deberá limpiarse como se indica arriba y mantenerse cubierta hasta que se requiera nuevamente.

La cristalería utilizada para la etapa de desarrollo del color deberá enjuagarse ocasionalmente con solución de hidróxido de sodio (3.4) para eliminar los depósitos del complejo colorido que tiene una tendencia a pegarse como una fina película a las paredes de los artículos de cristal.

5 Muestreo y muestras

5.1 Muestreo

Colectar las muestras de laboratorio en frascos de polietileno, de cloruro de polivinilo o de vidrio preferentemente. Para el caso de pequeñas concentraciones de fosfato, es esencial el uso de frascos de vidrio.

5.2 Preparación de la muestra para prueba.

Filtrar la muestra de laboratorio (5.1) dentro de las cuatro horas posteriores al muestreo. Si en este lapso de tiempo la muestra se ha mantenido fría, llevarla a temperatura ambiente antes de filtrar.

Filtrar la muestra por un filtro de membrana con tamaño de poro de 0.45 μm (ver las notas 1 y 2) que se ha lavado para estar libre de fosfatos, pasándole aproximadamente 200 mL de agua caliente de 30 a 40 °C. Desechar estos enjuagues. También desechar los primeros

10 mL de muestra filtrada y coleccionar el residuo en un frasco de vidrio limpio y seco para la inmediata determinación de ortofosfato como se especifica en la cláusula 6.

Si el filtrado no está en un intervalo de pH 3 a 10, ajustarlo con solución de hidróxido de sodio (3.4) o ácido sulfúrico de 2 mol/L (3.3).

NOTAS

1.El tiempo de filtración no debiera exeder los 10 minutos. Si es necesario, elegir un filtro de mayor diametro.

2.Debera verificarse el contenido de fosforo en el filtro de membrana. Los filtros de membrana libres de fosforo estan disponibles comercialmente.

6 Procedimiento

6.1 Alícuota de prueba

El volúmen máximo de la alícuota de prueba es 40.0 mL. Este es adecuado para la determinación de concentraciones de ortofosfato hasta de $\rho_p = 0.8$ mg/L cuando se utiliza una celda óptica de 10 mm de espesor para medir la absorbancia del complejo colorido formado por la reacción con el reactivo de molibdato ácido. Pueden emplearse menores alícuotas de prueba, apropiadas para alojar mayores concentraciones de fosfato, como se muestra en la tabla 1. Las concentraciones de fosfato en el extremo inferior de los intervalos de calibración se determinan mejor midiendo la absorbancia en una celda óptica de 40 o 50 mm de espesor.

TABLA 1

Concentración de ortofosfato. (mg/L)	Volumen de la alícuota para prueba (mL).	Espesor de la celda óptica. (mm)
0.0 a 0.8	40.0	10
0.0 a 1.6	20.0	10
0.0 a 3.2	10.0	10
0.0 a 6.4	5.0	10
0.0 a 0.2	40.0	40 o 50

6.2 Prueba del blanco

Efectuar la prueba del blanco en paralelo a la determinación, por el mismo procedimiento, empleando las mismas cantidades de todos los reactivos de la determinación, pero usando el volumen apropiado de agua en lugar de la alícuota para prueba.

6.3 Calibración

6.3.1 Preparación de la serie de soluciones para calibración

Transferir, por medio de una pipeta, 1.0; 2.0; 3.0; 4.0; 5.0; 6.0; 7.0; 8.0; 9.0 y 10 mL de solución patrón de ortofosfato (3.11) a una serie de matraces volumétricos de 50 mL. Diluir con agua a 40 mL aproximadamente. Proceder de manera similar para otros intervalos de concentración de fosfatos.

6.3.2 Desarrollo del color

Adicionar a cada matraz, mientras se agita, 1 mL de ácido ascórbico (3.5) seguido por 2 mL de solución de molibdato ácido (3.6). Aforar con agua y mezclar bien.

6.3.3 Mediciones espectrométricas

Medir la absorbancia de cada solución entre los 10 y 30 minutos siguientes, a 880 nm o, si se puede aceptar una disminución en la sensibilidad, a 700 nm. Usar agua en la celda de referencia.

6.3.4 Trazo de la gráfica de calibración

Trazar una gráfica de absorbancia contra contenido de fósforo, en miligramos por litro, de las soluciones para calibración. La relación entre la absorbancia y la concentración es lineal. Determinar el recíproco de la pendiente de la gráfica.

Verificar la gráfica regularmente, especialmente si se utiliza un nuevo lote de reactivos. Correr una solución para calibración con cada serie de muestras.

6.4 Determinación

6.4.1 Desarrollo del color

Pipetear el volumen elegido de la alícuota para prueba en un matraz volumétrico aforado y, si es necesario, diluir a 40 ± 2 mL con agua. Proceder como se especifica en 6.3.2.

NOTAS

1 Si la muestra para la prueba contiene arsenato, este deberá reducirse a arsenito con tiosulfato. La reducción es cuantitativa para concentraciones de arsenato de al menos 2 mg de As por litro.

Transferir, por medio de una pipeta, un máximo de 40 mL de la muestra para prueba a un matraz volumétrico de 50 mL. Adicionar 1 mL de solución de ácido ascórbico (3.5) y 1 mL de solución de tiosulfato (3.9). Mezclar y permitir que la reducción proceda por 10 +/- 1 minuto, y después adicionar 2 mL de la solución II de molibdato ácido (3.7). Aforar con agua.

2 Si la muestra para prueba es turbia y/o colorida, compensar esto adicionando 3 mL de reactivo para compensación de turbiedad y color (3.8). La absorbancia de esta solución se sustrae del valor medido de acuerdo a 6.4.2.

3.-La medición de absorbancia a 700 nm reporta una disminución de aproximadamente 30% en la sensibilidad a 980 nm.

6.4.2 Mediciones Espectrométricas

Ver 6.3.3

NOTA - Si, debido a la interferencia por arsenato, la alícuota para prueba se ha tratado con tiosulfato, tomar las mediciones dentro de los siguientes 10 minutos; de lo contrario el color se desvanecerá.

7 Expresión de los resultados.

7.1. Cálculo

La concentración de ortofosfato, ρ_p , expresada en miligramos por litro, está dada por la ecuación

$$\rho_p = (A - A_0) f V_{\max} / V_s$$

donde

A es la absorbancia de la alícuota para prueba;

A_0 es la absorbancia del blanco;

f es el recíproco de la pendiente de la gráfica de calibración;

V_{\max} es el volúmen máximo, 40 mL, de la alícuota para prueba

V_s es el volúmen real, en mililitros, de la alícuota para prueba.

Informar las concentraciones en masa de fósforo como sigue, sin exceder tres cifras significativas:

$\rho_p < 0.1$ mg/L al 0.001 mg/L más cercano;

$0.1 \leq \rho_p < 10$ mg/L al 0.01 mg/L más cercano;

$\rho_p \geq 10$ mg/L al 0.1 mg/L más cercano.

7.2 Precisión

Los datos de precisión en la tabla 2 se obtuvieron en ensayos que involucran 16 laboratorios.

NOTA : Para interferencias, ver el anexo.

Tabla 2

Descripción de la muestra	No. de muestras n	Media (µg/L)	Desviación normal		
			Repetibilidad		Reproducibilidad
			absoluta (µg/L)	absoluta (µg/L)	relativa (%)
Ortofosfato en presencia de polifosfato	70	57.6	2.20	10.8	18.8
Ortofosfato	69	312.7	4.81	32.4	10.4
Ortofosfato en presencia de arsenato y polifosfato	78	192.0	4.01	34.8	17.6
Ortofosfato en presencia de arsenato.	78	101.3	5.77	22.1	21.8

8 Informe de la prueba

El informe de la prueba deberá contener la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) una referencia a esta parte de ISO 6878;
- c) una referencia al método empleado;
- d) los resultados obtenidos;
- e) las condiciones de la prueba;
- f) los detalles de cualquier operación no incluida en esta sección o considerada como opcional, junto con cualquier incidente que probablemente haya tenido alguna influencia sobre los resultados.

Sección dos : Determinación de ortofosfato después de la extracción

Este método sólo es aplicable si la concentración de fosfato en la muestra es menor a 10 $\mu\text{g/L}$.

9 Reactivos

Usar los reactivos especificados en 3.5 y 3.6 y adicionalmente:

9.1 1-Hexanol ($\text{C}_6\text{H}_{13}\text{OH}$).

9.2 Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

9.3 Ortofosfato, solución patrón, correspondiente a 0.5 mg de P por litro

Pipetear 5.0 mL de la solución stock de ortofosfato (3.10.1) en un matraz volumétrico aforado de 500 mL. Aforar con agua y mezclar bien.

Preparar esta solución cada día que se requiera.

10 Muestreo y muestras

Ver cláusula 5.

11 Procedimiento

11.1 Alícuota para prueba

Transferir, por medio de una probeta, 350 mL de la muestra para prueba (5.2) a un embudo de separación de 500 mL.

11.2 Prueba del blanco

Efectuar la prueba del blanco en paralelo con la determinación, mediante el mismo procedimiento, empleando las mismas cantidades de todos los reactivos de la determinación, pero utilizando 350 mL de agua en lugar de la alícuota para prueba.

11.3 Calibración

11.3.1 Preparación de la serie de soluciones para calibración

Adicionar con una microbureta 1.4; 2.8; 4.2; 5.6 y 7.0 mL de la solución patrón de ortofosfato (9.3) a una serie de 5 embudos de separación de 500 mL. Diluir cada solución a 350 \pm 10 mL con agua y agitar para mezclar. Estas soluciones representan concentraciones de ortofosfato, ρ_p de 2; 4; 6; 8 y 10 $\mu\text{g/L}$ respectivamente.

11.3.2. Desarrollo del color

A cada matraz, con agitación, adicionar 7.0 \pm 0.1 mL de solución de ácido ascórbico (3.5) y 14 \pm 0.1 mL de la solución I de molibdato ácido (3.6).

Después de 15 minutos adicionar 40.0 ± 0.1 mL de 1-hexanol (9.1) a cada matraz; tapar y agitar los matraces durante un minuto. Permitir que las fases se separen y pipetear 30.0 mL de cada uno de los extractos de 1-hexanol en la capa superior en una serie de matraces volumetricos aforados de 50 mL. Agregar 1.0 ± 0.2 mL de etanol (9.2) a cada matraz y diluir cada solución hasta el aforo con 1-hexanol (9.1). Descartar la fase acuosa inferior de los embudos de separación.

11.3.3 Mediciones espectrométricas

Medir la absorbancia de cada solución a 680 nm en celdas ópticas de 40 o 50 mm de espesor, contra 1-hexanol en la celda de referencia.

11.3.4 Trazo del gráfico de calibración

Trazar una gráfica de absorbancia contra el contenido de fósforo, en microgramos por litro, de las soluciones para calibración. Determinar el recíproco de la pendiente de la gráfica.

Verificar la gráfica regularmente, especialmente si se utiliza un nuevo lote de reactivos.

11.4 Determinación

11.4.1 Desarrollo del color

Tratar la alícuota para prueba (11.1) como se especifica en 11.3.2 para las soluciones de calibración.

11.4.2 Mediciones espectrométricas

Ver 11.3.3.

12 Expresión de los resultados

La concentración de ortofosfato, ρ_p , expresada en miligramos por litro, está dada por la ecuación

$$\rho_p = (A - A_0) f$$

donde

A es la absorbancia de la alícuota para prueba;

A₀ es la absorbancia del blanco;

f es el recíproco de la pendiente de la gráfica de calibración.

Informar el valor al 0.0001 mg/L más cercano; dar los valores debajo de 0.0005 mg/L como " $\rho_p < 0.0005$ mg/L".

NOTA : Para interferencias ver el anexo.

13. Informe de la prueba.

El informe de la prueba deberá contener la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra;
- b) una referencia a esta parte de ISO 6878;
- c) una referencia al método empleado;
- d) los resultados obtenidos;
- e) las condiciones de la prueba;
- f) los detalles de cualquier operación no incluida en esta sección o considerada como opcional, junto con los incidentes que pudieran influir en los resultados.

Sección tres: Determinación de fosfato hidrolizable y ortofosfato

14 Reactivos

Utilizar los reactivos especificados en 3.2, 3.5 y 3.7.

15 Aparatos

Ver cláusula 4.

16 Muestreo y muestras

16.1 Muestreo

Ver 5.1.

16.2 Preparación de la muestra para la prueba

Filtrar y analizar la muestra de laboratorio (5.1) tan pronto como sea posible después del muestreo. Si la muestra se ha mantenido fría, llevarla a temperatura ambiente antes de filtrar.

Filtrar la muestra a través de un filtro de membrana con tamaño de poro de 0.45 μm (ver notas 1 y 2 en 5.2) lavado para librarlo de fosfatos, con aproximadamente 200 mL de agua tibia a 30 o 40°C. Desechar los enjuagues y los primeros 10 mL de la muestra filtrada y coleccionar el resto en un frasco de vidrio limpio y seco.

Adicionar 1 mL de ácido sulfúrico de 4.5 mol/L (3.2) por cada 100 mL de muestra para la prueba, para impartirle un pH aproximado a 1. Mantener el filtrado en lugar frío y oscuro hasta el análisis.

17 Procedimiento

17.1 Alícuota de prueba

De acuerdo a la concentración de fosfatos esperada en la muestra (ver tabla 1), transferir, por medio de una pipeta, un máximo de 40 mL de la muestra para prueba (16.2) a un matraz cónico. Si es necesario, diluir con agua a 40 mL aproximadamente. Acidular con ácido sulfúrico de 4.5 mol/L (3.2) hasta un pH < 1 y llevar a ebullición suave durante 30 min. Mantener el volumen sobre 25 mL adicionando agua. Enfriar, ajustar el pH entre 3 y 10, transferir a un matraz volumétrico de 50 mL y diluir con agua a 40 mL aproximadamente.

NOTA - Alternativamente, mineralizar el filtrado acidulado en un frasco cerrado durante 30 min en un autoclave entre 115 y 120°C. También son adecuadas las ollas a presión ordinarias.

17.2 Prueba del blanco

Llevar a cabo la prueba del blanco en paralelo con la determinación, bajo el mismo procedimiento, utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos, pero empleando agua acidulada al mismo punto que la alícuota de prueba.

17.3 Calibración

17.3.1 Preparación de la serie de soluciones para calibración

Transferir, por medio de una pipeta, 1.0; 2.0; 3.0; 4.0; 5.0; 6.0; 7.0; 8.0; 9.0 y 10.0 mL de la solución patrón de ortofosfato (3.11) a una serie de matraces cónicos. Diluir con agua a 40 mL aproximadamente. Proceder de la misma manera para otros intervalos de concentración de fosfato. Después tratar cada solución como se indica en 17.1, empezando por "Acidular...".

17.3.2 Desarrollo del color

Adicionar a cada matraz, mientras agita, 1 mL de ácido ascórbico (3.5), seguido por 2 mL de la solución II de molibdato ácido (3.7). Aforar con agua.

17.3.3 Mediciones espectrométricas

Ver 6.3.3.

17.3.4 Trazo de la gráfica de calibración

Ver 6.3.4.

17.4 Determinación

17.4.1 Desarrollo del color

Proceder de acuerdo a 17.3.2 empleando la alícuota de prueba (17.1).

17.4.2 Mediciones espectrométricas

Ver 6.3.3.

18 Expresión de los resultados

18.1 Cálculo

La concentración de ortofosfato más fosfato hidrolizable, ρ_P , expresada en mg/L, está dada por la ecuación

$$\rho_P = (A - A_0) f V_{\max} / V_s$$

donde

A es la absorbancia de la alícuota de prueba;

A_0 es la absorbancia del blanco;

f es el recíproco de la pendiente de la gráfica de calibración;

V_{\max} es el volumen máximo, 40 mL, de la alícuota de prueba;

V_s es el volumen real, en mililitros, de la alícuota de prueba.

Informar las concentraciones máxicas de fósforo como sigue, sin más de tres cifras significativas:

$\rho_p < 0.1$ mg/L al 0.001 más cercano;

$0.1 \leq \rho_p < 10$ mg/L al 0.01 mg/L más cercano;

$\rho_p \geq 10$ mg/L al 0.1 mg/L más cercano.

18.2 Precisión

Los datos de precisión de la tabla 3 se obtuvieron en un ensayo que involucró 15 laboratorios (ver también tabla 2).

NOTA - Para interferencias ver el anexo.

19 Informe de la prueba

El informe de la prueba deberá contener la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) una referencia a esta parte de ISO 6878;
- c) una referencia del método y del procedimiento de mineralización empleado;
- d) los resultados obtenidos;
- e) las condiciones de la prueba;
- f) los detalles de cualquier operación no incluida en esta sección o considerada como opcional, junto con cualquier incidente que haya influido en los resultados.

Tabla 3

Descripción de la muestra	No. de muestras n	Media ($\mu\text{g/L}$)	Desviación normal		
			Reproducibilidad		relativa (%)
			Repetibilidad absoluta ($\mu\text{g/L}$)	absoluta ($\mu\text{g/L}$)	
Polifosfato	79	179.2	6.59	44.6	24.8
Polifosfato en presencia de fósforo ligado orgánicamente	65	174.9	7.09	25.9	14.8

Sección cuatro: Determinación de fósforo total

20 Reactivos

Utilizar los reactivos especificados en 3.2, 3.5, 3.7 y 3.9 y además

20.1 Acido sulfúrico, $\rho=1.84$ g/mL.

20.2 Acido nítrico, $\rho=1.40$ g/mL.

20.3 Acido clorhídrico, $\rho=1.12$ g/mL.

20.4 Hidróxido de sodio, solución de 320 g/L.

Disolver 64 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 150 mL de agua, enfriar y diluir con agua a 200 mL. Almacenar en un bote de polietileno.

20.5 Peroxodisulfato de potasio, solución

Adicionar 5 g de peroxodisulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) a 100 mL de agua, agitar para disolver.

La solución es estable por lo menos durante 2 semanas, si la solución sobresaturada se almacena en un frasco de borosilicato ámbar; se debe proteger de la luz solar directa.

21 Aparatos

Ver cláusula 4 y

21.1 Matraces de borosilicato de 100 mL, con tapones de vidrio cerrados herméticamente mediante sujetadores metálicos (para la determinación de fósforo total empleando el método de persulfato en un autoclave); también son adecuados los botes de polipropileno o los matraces cónicos con tapón de rosca.

Antes de utilizarlos, limpiar los botes o matraces adicionando aproximadamente 50 mL de agua y 2 mL de ácido sulfúrico (20.1). Colocarlos en un autoclave durante 30 min a la temperatura de operación, enfriar y enjuagar con agua. Repetir el procedimiento varias veces y almacenarlos cubiertos.

21.2 Matraces Kjeldahl de 200 mL (sólo se requieren para la determinación de fósforo total por el procedimiento de ácido nítrico-ácido sulfúrico).

22 Muestreo y muestras

22.1 Muestreo

Ver 5.1.

22.2 Preparación de la muestra para la prueba

Adicionar 1 mL de ácido sulfúrico de 4.5 mol/L (3.2) por 100 mL de muestra para prueba. El pH deberá ser aproximado a 1. Almacenar en un lugar frío y oscuro hasta el análisis.

NOTA - Si se va a determinar fósforo soluble total, filtrar la muestra de acuerdo a 16.2.

23 Procedimiento

23.1 Alícuota de prueba

Se especifican dos métodos de mineralización. La oxidación usando persulfato no será eficiente en presencia de grandes cantidades de materia orgánica; en este caso es necesaria la oxidación con ácido nítrico-ácido sulfúrico.

NOTA - Los procedimientos de oxidación especificados pueden dar resultados diferentes. Sin embargo, el procedimiento de oxidación utilizado deberá indicarse en el informe de la prueba.

23.1.1 Oxidación con peroxodisulfato de potasio

Pipetear un máximo de 40 mL de la muestra para prueba (22.2) en un matraz cónico de 100 mL. Si es necesario diluir con agua a 40 mL aproximadamente. Adicionar 4 mL de solución de peroxodisulfato de potasio (20.5) y llevar a ebullición suave durante 30 min. Mantener el volumen sobre 25 mL adicionando agua. Enfriar, ajustar el pH entre 3 y 10, transferir a un matraz volumétrico de 50 mL y diluir con agua a 40 mL aproximadamente.

NOTAS

1 Generalmente 30 min son suficientes para mineralizar los compuestos de fósforo; algunos ácidos polifosforicos requieren hasta 90 min para la hidrólisis. Alternativamente, mineralizar durante 30 min en un autoclave entre 115 y 120 °C. Las ollas a presión ordinarias también son adecuadas.

2 Cualquier arsenato presente causara interferencia. Cualquier arsenico presente originalmente, se oxidara a arsenato bajo las condiciones descritas en 23.1.1 y 23.1.2 y también causara interferencia.

Si se conoce o se sospecha la presencia de arsenico en la muestra, eliminar la interferencia tratando la muestra con solución de tiosulfato de sodio (3.9) (ver nota 1 en 6.4), inmediatamente después de la fase de mineralización. En el caso de agua marina mineralizada en autoclave, el cloro libre deberá removerse mediante ebullición antes de que el arsenato sea reducido por el tiosulfato.

23.1.2 Oxidación con ácido nítrico

PRECAUCION - Este procedimiento deberá efectuarse bajo una campana extractora de vapores, eficiente.

Pipetear un máximo de 40 mL de la muestra para prueba (22.2) en un matraz Kjeldahl (21.2). Cuidadosamente adicionar 2 mL de ácido sulfúrico (20.1) y agitar para mezclar. Adicionar perlas de vidrio y calentar suavemente hasta la aparición de vapores blancos. Después de enfriar, agregar cuidadosamente 0.5 mL de ácido nítrico (20.2), alejándose mientras agita y calentar hasta que cese la emisión de vapores cafés. Después de enfriar, continuar el tratamiento con ácido nítrico, retirándose mientras agita, lo necesario hasta obtener una solución clara e incolora. Enfriar y adicionar con cuidado 10 mL de agua con agitación continua y calentar hasta la aparición de vapores blancos. Después de enfriar, agregar con cuidado 20 mL de agua con agitación continua. Con enfriamiento, agregar con precaución la solución de hidróxido de sodio (20.4) con agitación continua para ajustar la solución con un pH de 3 a 10. Después de enfriar transferir la solución a un matraz volumétrico de 50 mL. Enjuagar el matraz Kjeldahl con una pequeña cantidad de agua y vaciar los enjuagues en el matraz.

NOTA - Para interferencia por arsenico ver la nota 2 en 23.1.1.

23.2 Prueba del blanco

Efectuar la prueba del blanco en paralelo con la determinación, bajo el mismo procedimiento, empleando las mismas cantidades de todos los reactivos de la determinación, pero usando agua en lugar de la alícuota de prueba.

23.3 Calibración

23.3.1 Preparación de la serie de soluciones para calibración

Transferir, por medio de una pipeta, 1.0; 2.0; 3.0; 4.0; 5.0; 6.0; 7.0; 8.0; 9.0 y 10.0 mL de solución patrón de ortofosfato (3.11) a

a) una serie de matraces cónicos de 100 mL, diluir con agua a 40 mL aproximadamente y proceder como se especifica en 23.1.1 y 23.3.2;

o

b) una serie de matraces Kjeldahl de 200 mL y proceder como se especifica en 23.1.2 y 23.3.2.

Proceder apropiadamente para otros intervalos de concentración de fosfato.

Típicamente, el volumen de la alícuota de prueba será del orden de 5 a 10 mL.

23.3.2 Desarrollo del color

Agregar a cada matraz de 50 mL, mientras agita, 1 mL de ácido ascórbico (3.5) y después de 30 segundos, 2 mL de la solución II de molibdato ácido (3.7). Aforar con agua.

23.3.3 Mediciones espectrométricas

Ver 6.3.3.

23.3.4 Trazo de la gráfica para calibración

Ver 6.3.4.

23.4 Determinación

23.4.1 Desarrollo del color

Proceder de acuerdo a 23.3.2 usando la alícuota de prueba de 23.1.1 o 23.1.2.

23.4.2 Mediciones espectrométricas

Ver 6.3.3.

24 Expresión de los resultados

24.1 Cálculo

La concentración de fósforo total, ρ_P , expresada en miligramos por litro, esta dada por la ecuación

$$\rho_P = (A - A_0) f V_{\max} / V_s$$

donde

A es la absorbancia de la alícuota de prueba;

A_0 es la absorbancia del blanco;

f es el recíproco de la pendiente de la gráfica de calibración;

V_{\max} es el volúmen máximo, 40 mL, de la alícuota de prueba;

V_s es el volúmen real, en mililitros, de la alícuota de prueba.

24.2 Precisión

Los datos de precisión de la tabla 4 se obtuvieron en un ensayo en el que intervinieron 16 laboratorios.

NOTA - Para interferencias, ver el anexo.

25 Informe de la prueba

El informe de la prueba deberá contener la siguiente información:

a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;

b) una referencia de esta parte de ISO 6878;

c) una referencia del método y del procedimiento de mineralización empleado;

d) los resultados obtenidos;

e) las condiciones de la prueba;

f) los detalles de cualesquiera operaciones no incluidas en esta sección, o consideradas como opcionales, junto con cualquier incidente que probablemente hubiera influido en los resultados.

Tabla 4

Descripción de la muestra	No. de muestras n	Media ($\mu\text{g/L}$)	Desviación normal		
			reproducibilidad		
			repetibilidad	absoluta	relativa
		($\mu\text{g/L}$)	($\mu\text{g/L}$)	(%)	
fósforo ligado orgánicamente más sulfonato indigo	70	68.7	3.83	8.32	12.0
fósforo ligado orgánicamente más floroglucina	58	438.1	12.8	36.9	9.0

Bibliografía

- [1] Schouwenberg, J.C. and Walings, I. *Anal. Chem. Acta* 37 1967: 271-274.
- [2] Koroleff, F. Determination of phosphorus. In: *Methods in Seawater Analysis*. Weinheim, Verlag Chemie GmbH, 1977.

Anexo

Interferencias

A.1 Sílice

Las concentraciones de sílice hasta 5 mg de Si por litro no interfieren. Sin embargo, mayores concentraciones ocasionan un incremento en la absorbancia.

Después de un tiempo de reacción de 30 min se obtuvieron los valores de la tabla 5.

Tabla 5

Concentración de Sílice, como Si	Concentración de fosfato equivalente, como P
mg/L	µg/L
10	≈ 5
25	≈ 15
50	≈ 25

A.2 Arsenato

El arsenato produce un color similar al del ortofosfato. Esta interferencia puede eliminarse reduciendo el arsenato a arsenito con tiosulfato de sodio (3.9) (ver nota 1 de 6.4.1).

A.3 Acido sulfhídrico

Pueden tolerarse concentraciones de ácido sulfhídrico hasta 2 mg de S por litro. Las concentraciones mayores deben reducirse a un nivel aceptable burbujeando gas nitrógeno en una muestra acidulada (acidulación como en 7.1).

A.4 Fluoruro

Pueden tolerarse concentraciones de fluoruro hasta 70 mg de F por litro. Las concentraciones mayores a 200 mg/L inhiben totalmente el desarrollo del color.

A.5 Metales de transición

A.5.1 El hierro afecta la intensidad del color, pero a una concentración de 10 mg de Fe por litro el efecto es menor a 5%. El vanadato causa un incremento lineal del color, que a una concentración de 10 mg de V por litro es aproximadamente 5%.

A.5.2 El cromo (III) y el cromo (VI) no interfieren en concentraciones hasta 10 mg/L, pero a una concentración de 50 mg de Cr por litro, la absorbancia se incrementa aproximadamente 5%.

A.5.3 El cobre a concentraciones hasta 10 mg/L no interfiere.

A.6 Agua de mar

Las variaciones en salinidad tienen influencia despreciable en la intensidad del color.

A.7 Nitrito

Puede ocurrir decoloración si la concentración de nitrito excede 1 mg de N por litro. Un ligero exceso de ácido sulfámico es efectivo para descomponer el nitrito. 100 mg del ácido trata una concentración de nitrito de 10 mg de N por litro.

6 ANALISIS DE LA PROPUESTA

Actualmente, una política sobre medio ambiente correcta es factible sólo si se progresa al mismo tiempo en el campo económico y social. Sin embargo, el progreso económico y social constante y duradero es posible únicamente cuando los aspectos medioambientales se tienen en cuenta como un elemento esencial de ese desarrollo.

Las medidas sobre medio ambiente deben ser un elemento integrante esencial de las actividades industriales de cualquier país o región, ya que la protección del entorno mejora la calidad de vida y conserva los recursos naturales, permitiendo de esta manera obtener los beneficios plenos de las actividades industriales, en forma de crecimiento económico, empleo y competitividad.

Algunas de estas medidas incluyen el empleo de normas, que especifican un conjunto de condiciones que deben satisfacer los productores de bienes y los prestadores de servicios en sus procesos.

El enfoque que las diferentes legislaciones dan a la normatividad sobre descargas de aguas residuales industriales a nivel nacional, regional o internacional, es muy variado; así, mientras que el objeto principal de la Organización Internacional para la Normalización es fomentar la aplicación de normas y actividades similares en el mundo, con vistas a facilitar el intercambio de artículos y procesos y desarrollar la cooperación en diferentes campos, la Comunidad Económica Europea y la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos tienen como objetivo básico, prevenir daños al hombre y al medio ambiente o, cuando el daño ya está hecho, remediarlo; adicionalmente, la CEE da un enfoque económico a su legislación y está convencida de que la competitividad de la industria comunitaria en los mercados internacionales en la década de los noventa dependerá en parte, de que sus procesos industriales se atengan a estrictas normas de medio ambiente.

En nuestro país, cada vez más, las autoridades se ocupan de normar las acciones que se requieren llevar a cabo para la preservación del medio ambiente. En lo que respecta a la normatividad sobre descargas de aguas residuales industriales, una vez que se formulan las normas que establecen los criterios para prevenir y controlar los efectos nocivos que la explotación del agua provoca en este recurso, es importante que se especifique con una visión integral todos aquellos instrumentos y procedimientos en los que los industriales y las autoridades habrán de basarse para aplicar dichos criterios; ya que de lo contrario, la norma queda incompleta.

En este trabajo se considera que los cinco métodos propuestos constituyen herramientas que apoyan el cumplimiento de las normas oficiales mexicanas que establecen los límites máximos permisibles

de contaminantes en aguas residuales, en especial a las que se refieren a las siguientes industrias:

- Centrales termoelectricas convencionales,
- Vidrio prensado y soplado,
- Hierro y acero,
- Acabados metálicos,
- Jabones y detergentes.

Adicionalmente, también son útiles para las normas oficiales mexicanas que se ocupan de las descargas de aguas provenientes de los servicios de hospitales y de tipo urbano o municipal.

En México la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente establece los aspectos a considerar y la orientación a seguir en materia de política medioambiental. El reto y la oportunidad consisten en encontrar los medios para continuar progresando en materia de medio ambiente, de modo que también puedan alcanzarse los beneficios económicos y laborales previstos.

El industrial debe tomar conciencia para respetar la normatividad existente y la que se edite próximamente, con la finalidad de conocer la situación de las descargas de las aguas y otros residuos industriales e iniciar el planteamiento de las acciones preventivas y/o correctivas más convenientes, evitando así las improvisaciones y las medidas coercitivas.

Sin embargo, la integración de consideraciones de medio ambiente en la política industrial debe considerarse en un contexto mucho más amplio que el de la prevención o el control de la contaminación y de los procedimientos de evaluación de su repercusión sobre el medio ambiente. La ubicación y el diseño de las instalaciones industriales, la elección industrial relativa a productos y procesos y el sistema de gestión de sus residuos deben estar condicionados por consideraciones de medio ambiente.

7 CONCLUSIONES

En este trabajo se han reunido los títulos de 44 normas para determinar la calidad del agua, emitidas por la Organización Internacional de Normalización; 105 procedimientos analíticos usados en los laboratorios de la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos para el análisis de aguas y 56 métodos sugeridos por el Ministerio de Obras Públicas de la Comunidad Económica Europea para el mismo propósito.

Se presentaron 46 títulos de las normas mexicanas para el análisis de aguas residuales y se elaboró una matriz que permite saber cuáles son los métodos que no marcan las normas en México y que sí consideran los organismos internacionales para el análisis de de estas aguas.

Después de considerar la problemática nacional en materia de contaminación hídrica, manifiesta en las normas oficiales mexicanas que establecen los límites máximos permisibles en las descargas de aguas residuales industriales y de servicios, se propusieron cinco métodos para apoyar el cumplimiento de estas normas.

8 BIBLIOGRAFIA

1. Diario Oficial de la Federación, miércoles 1 de julio de 1992
Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.
Ley Federal sobre Metrología y Normalización.
México, 1992.
2. Environmental Protection Agency
Manual of methods for chemical analysis of water and wastes.
Cincinnati, 1974.
3. Environmental Protection Agency
Methods for organic chemical analysis of municipal and industrial
wastewater.
Cincinnati, 1982.
4. International Organization for Standardization
International Standard ISO 6332-1982, Water analysis
-Determination of iron- 1,10-phenanthroline photometric method.
Geneve, 1982.
5. International Organization for Standardization
International Standard ISO 6333-1986, Water quality -Determination
of manganese- Formaldoxime spectrometric method.
Geneve, 1986.
6. International Organization for Standardization
International Standard ISO 6878/1-1986, Water quality
-Determination of phosphorus- Part 1: Ammonium molybdate
spectrometric method.
Geneve, 1986.
7. International Organization for Standardization
International Standard ISO 7150/1-1984, Water quality
-Determination of ammonium- Part 1: Manual spectrometric method.
Geneve, 1984.
8. International Organization for Standardization
International Standard ISO 7393/1-1985, Water quality
-Determination of free chlorine and total chlorine- Part 1:
Titrimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine.
Geneve, 1985.
8. International Organization for Standardization
ISO Catalogue 1991; Water quality.
Geneve, 1990.
9. Ministerio de Obras Públicas y Urbanismo de la Comunidad
Económica Europea
Derecho ambiental de la Comunidad Económica Europea.
Bruselas, 1987.

10. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial
Dirección General de Normas
Catálogo de Normas Oficiales Mexicanas, Tomo I (A-D).
México.
11. Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología
Gaceta Ecológica número 2, Normas Técnicas Ecológicas.
México, 1989.
12. Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología
Gaceta Ecológica número 14, Normas Técnicas Ecológicas.
México, 1991.
13. Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología
Gaceta Ecológica número 17, Normas Técnicas Ecológicas.
México, 1991.
14. Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología
Gaceta Ecológica número 19, Normas Técnicas Ecológicas.
México, 1992.
15. Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología
Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente
México, 1988.