

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>				
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>				
	Elaboró:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Elaboración:	Edición:	Página:
	Revisó:	Biól. Rosa Ma. Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	II de V
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:	
Título:	<i>Procedimiento de Técnicas Analíticas</i>	Junio 2001	04	005	

## Manual de Procedimientos de Técnicas Analíticas de Laboratorio

### 1.- Presentación.

El presente "Manual de Procedimientos de Técnicas Analíticas de Laboratorio", fue creado por la necesidad de contar con información debidamente soportada para la realización de cada uno de los análisis que se ejecutan en el Departamento de Laboratorio del Agua de la Comisión del Agua del Estado de México.

La finalidad de este documento es mantener la información suficiente, adecuada y actualizada para realizar de manera correcta las técnicas en las diferentes áreas del laboratorio, así como proporcionar la metodología al personal de nuevo ingreso o al personal involucrado en la rotación de técnicas.

Esta información fue elaborada, actualizada y enriquecida con la experiencia de los analistas titulares de cada técnica en el Laboratorio. Dichas técnicas tiene por base las Normas Oficiales Mexicanas y/o Normas Mexicanas, emitidas por la Dirección General de Normas dependiente de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, así como los Métodos Normalizados para el análisis de agua potable y residual, preparado y publicado conjuntamente por la APHA, AWWA, WPCF; y como tal, el personal encargado de realizar los análisis deberá vigilar el adecuado seguimiento y modificación de las mismas.

Es necesario tener presente que:

"Aunque un método analítico haya sido publicado en una fuente reconocida, no significa que éste sea el más adecuado para las necesidades individuales e infraestructura de los laboratorios y por lo tanto puede ser necesario introducir variantes para mejorarlo o adaptarlo". \*

### 2.- Contenido.

El Manual de "Procedimientos de Técnicas Analíticas de Laboratorio", se encuentra ordenado conforme al número de la norma correspondiente a cada técnica, a saber:

- 05-01. Procedimiento de Muestreo de Aguas Residuales.
- 05-02. Procedimiento para la Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua.
- 05-03. Procedimiento para la Determinación de Grasas y Aceites.
- 05-04. Procedimiento para la Determinación de Materia Flotante en Aguas Residuales.
- 05-05. Procedimiento para la Determinación de la Temperatura.
- 05-06. Procedimiento para la Determinación del pH.
- 05-07. Procedimiento para la Determinación de Oxígeno Disuelto.
- 05-08. Procedimiento para el Muestreo de Cuerpos Receptores.
- 05-09. Procedimiento para la Determinación de Color.

\* Informe preliminar de resultados Prueba Interlaboratorio para el establecimiento de un padrón de laboratorios con capacidad analítica confiable...

Segunda etapa. 600-IL-1198. Febrero 8, 1999.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa Ma. Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	III de V
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Procedimiento de Técnicas Analíticas</i>	Junio 2001	04	005

- 05-10. Procedimiento para la Determinación de Sólidos Disueltos Totales.
- 05-11. Procedimiento para la Determinación de Nitrógeno Total.
- 05-12. Procedimiento para la Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno.
- 05-13. Procedimiento para la Determinación de Fósforo Total.
- 05-14. Procedimiento para la Demanda Química de Oxígeno.
- 05-15. Procedimiento para la Determinación de Sólidos.
- 05-16. Procedimiento para la Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total.
- 05-17. Procedimiento para la Determinación de Turbiedad.
- 05-18. Procedimiento para la Determinación de Sustancias Activas al Azul de Metileno (Detergentes).
- 05-19. Procedimiento para la Determinación del Número Más Probable (NMP) de Coliformes Totales, Coliformes Fecales (Termotolerantes) y Escherichia Coli Presuntiva.
- 05-20. Procedimiento para la Determinación de Cromo Hexavalente.
- 05-21. Procedimiento para la Determinación de Color (Escala Platino-Cobalto).
- 05-22. Procedimiento para la Determinación de Dureza (Método del E.D.T.A.).
- 05-23. Procedimiento para la Determinación de Fenoles.
- 05-24. Procedimiento para la Determinación de Metales (Método Espectrofotométrico de Absorción Atómica y Método Directo de Flama Aire-Acetileno).
- 05-25. Procedimiento para la Determinación de Cianuros.
- 05-26. Procedimiento para la Determinación de Fluoruros.
- 05-27. Procedimiento para la Determinación de la Conductividad Eléctrica.
- 05-28. Procedimiento para la Determinación de Metales Pesados (Método de Hidruros).
- 05-29. Procedimiento para la Determinación de Metales Pesados (Método de Horno de Grafito).
- 05-30. Procedimiento para la Determinación de Boro (Método Colorimétrico de la Curcumina).
- 05-31. Procedimiento para la Determinación de Nitritos.
- 05-32. Procedimiento para la Determinación de Nitratos.
- 05-33. Procedimiento para la Determinación de Manganeseo.
- 05-34. Procedimiento para la Determinación de Hierro.
- 05-35. Procedimiento de Cloruros (Método Argentométrico).
- 05-36. Procedimiento para la Detección y Enumeración de Organismos, Coliformes y Organismos Coliformes Termotolerantes (Método de Filtración en Membrana).
- 05-37. Procedimiento para la Determinación de Hierro (Método de la Fenantrolina).

**3.- Alcance.**

El Manual de Procedimientos estará a la disposición de todo el personal involucrado con el análisis de muestras y es su obligación seguirlo y cumplirlo cabalmente, así mismo, los encargados de área y el Jefe del Departamento del Laboratorio deberán hacer cumplir y mantener actualizado el presente documento.

El Manual será de consulta interna y sólo podrá ser externa, previa autorización del Jefe del Laboratorio del Agua.

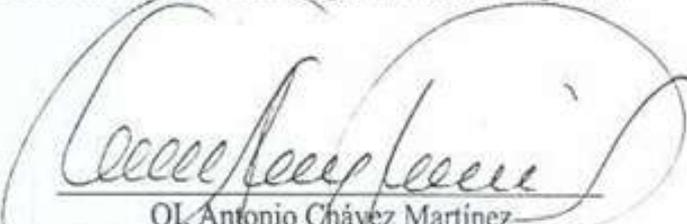


Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa Ma. Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	IV de V
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Procedimiento de Técnicas Analíticas</i>	Junio 2001	04	005

#### 4.- Validación.

De acuerdo con el contenido del documento denominado "Manual de Procedimientos Técnicos del Laboratorio del Agua", y no existiendo observación alguna, valida su vigencia.

  
QI. Antonio Chávez Martínez  
Jefe del Departamento del Laboratorio del Agua  
CAEM

#### 5.- Créditos.

El "Manual de Procedimientos Técnicos del Laboratorio del Agua", fue elaborado por el Departamento del Laboratorio del Agua, agradeciendo la participación de los siguientes servidores públicos:

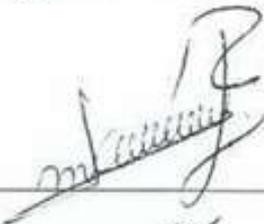
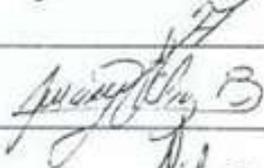
#### Revisó:

Biól. Rosa María Mejía Aupart

I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar

QBP. María B. Orozco Villanueva

QFB. Eduardo Camacho Guerrero

  
\_\_\_\_\_  
  
\_\_\_\_\_  
  
\_\_\_\_\_



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa Ma. Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	V de V
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Procedimiento de Técnicas Analíticas</i>	Junio 2001	04	005

**Elaboró:**

Téc. Bertha Cruz Muñoz

P. QFB. Ma. de Jesús Camarillo Robles

QFB. David Pacheco Rodríguez

Téc. Ricardo A. Porras Rangel

Téc. Eduardo Monroy Vega

Biól. Leonel Salas Cortés

Téc. Francisco Mariaca Aguilar

P. IQI. María Magdalena Vera Méndez

QI. Glenda Balderas Pitalúa

Los cuales en lo particular aparecerán en los encabezados de cada una de las Técnicas Analíticas Específicas, rubricando cada una de sus hojas como participantes.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	1 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Muestreo de Aguas Residuales</i>	Junio 2001	01	05-01

**Procedimiento de Muestreo de Aguas Residuales.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	2 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Muestreo de Aguas Residuales</i>	Junio 2001	01	05-01

## Contenido

1. Objetivo y Campo de Aplicación.
  2. Definición.
  3. Aparatos y Equipo.
  4. Identificación de las Muestras.
  5. Procedimiento.
  6. Apéndice.
  7. Bibliografía.
  8. Observaciones a la Técnica Analítica.
- 
-

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>			
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>			
	Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Junio 1999
	Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Edición:	2ª.
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Junio 2001	
Título:	<i>Muestreo de Aguas Residuales</i>	Revisión:	01	
		No. de Doc.:	05-01	

## Procedimiento de Muestreo de Aguas Residuales

### 1. Objetivo y Campo de Aplicación.

Esta técnica establece los lineamientos generales y recomendaciones para hacer un muestreo las descargas de agua residuales, con el fin de determinar sus características físicas y químicas, debiéndose observar las modalidades indicadas en las normas de métodos de prueba correspondiente.

### 2. Definiciones.

- 2.1 Agua residual.- Es el liquido de composición variada proveniente de uso municipal, industrial, comercial, agrícola, pecuario o de cualquier otra índole ya sea pública o privada y que por tal motivo haya sufrido degradación o alteración en su calidad original.
- 2.2 Canal abierto.- Cualquier conducto en el cual el agua fluye presentando una superficie libre.
- 2.3 Colector.- Es un conducto abierto o cerrado que recibe las aportaciones de agua de otros conductos.
- 2.4 Descarga.- es el conjunto de aguas residuales que se vierten o disponen en algún cuerpo receptor.
- 2.5 Muestra simple.- Es aquélla muestra individual tomada en un corto periodo de forma tal que, el tiempo empleado en su extracción sea el transcurrido para obtener el volumen necesario.
- 2.6 Muestra compuesta.- Es la que resulta del mezclado de varias muestras simples.

### 3. Aparatos y Equipo.

- 3.1 Recipientes para el transporte y conservación de las muestras.  
 Los recipientes para las muestras deben ser de materiales inertes al contenido de las aguas residuales. Se recomiendan los recipientes de polietileno o vidrio.  
 Las tapas deben proporcionar un cierre hermético en los recipientes y se recomienda que sean de material afín al del recipiente.  
 Es recomendable que los recipientes tengan una capacidad mínima de 2 litros.
- 3.2 Muestreadores automáticos.  
 Se permite su empleo, siempre y cuando, se operen de acuerdo con las instrucciones del fabricante del equipo muestreador, dándoles el correcto y adecuado mantenimiento, asegurándose de obtener muestras representativas de las aguas residuales.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	4 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Muestreo de Aguas Residuales</i>	Junio 2001	01	05-01

### 3.3 Válvulas y accesorios.

Cada toma de muestras debe tener una válvula de cierre que permita el paso libre de las aguas residuales y de los materiales que puedan contener y proporcionar el cierre hermético de la toma.

Esta válvula y los accesorios necesarios para su instalación, deben ser de materiales similares a los de las tomas y/o a los conductos en que éstas se instalen.

### 3.4 Hielera o refrigerador.

### 3.5 Material común de laboratorio.

## 4. Identificación de las Muestras.

4.1 Se deben tomar las precauciones necesarias para que en cualquier momento sea posible identificar las muestras. Se deben emplear etiquetas pegadas o colgadas, o numerar los frascos anotándose la información en una hoja de registro. Estas etiquetas deben contener como mínimo la siguiente información:

- Identificación de descarga.
- Número de muestra.
- Fecha y hora de muestreo.
- Punto de muestreo.
- Temperatura de la muestra.
- Profundidad de muestreo.
- Nombre y firma de la persona que efectúa el muestreo.

### 4.2 Hoja de registro.

4.2.1 Se debe llevar una hoja de registro con la información que permita identificar el origen de la muestra y todos los datos que en un momento dado permitan repetir el muestreo.

4.2.2 Se recomienda que la hoja de registro contenga la siguiente información:

- Los datos citados en el inciso 4.1
  - Resultados de pruebas de campo practicadas en la descarga muestreada.
  - Cuando proceda, el gasto o flujo de la descarga de aguas residuales que se muestrea.
  - Descripción detallada del punto de muestreo, de manera que cualquier persona pueda tomar otras muestras en el mismo lugar.
  - Descripción cualitativa del olor y el color de las aguas residuales muestreadas.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª.	5 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Muestreo de Aguas Residuales</i>	Junio 2001	01	05-01

## 5. Procedimiento.

5.1 Cualquiera que sea el método de muestreo específico que se aplique a cada caso, debe cumplir los siguientes requisitos.

5.1.1 Las muestras deben ser representativas de las condiciones que existan en el punto y hora de muestreo y tener el volumen suficiente para efectuar en él las determinaciones correspondientes.

5.1.2 Las muestras deben representar lo mejor posible las características del efluente total que se descarga por el conducto que se muestrea.

5.1.3 Al efectuarse el muestreo, deben anotarse los datos según los incisos 4.1 y 4.2.2.

### 5.2 Muestreo en tomas.

5.2.1 Se recomienda, se instalen tomas en conductos a presión o en conductos que permitan el fácil acceso para muestrear a cielo abierto, con el objeto de caracterizar debidamente las aguas residuales.

Las tomas deben tener un diámetro adecuado para muestrear correctamente las aguas residuales en función de los materiales que pueda contener, deben ser de la menor longitud posible, y procurar situarlas de tal manera que las muestras sean representativas de la descarga. Se recomienda el uso de materiales similares a los del conducto, de acero al carbón o de acero inoxidable.

5.2.2 Se deja fluir un volumen aproximadamente igual a 10 veces el volumen de la muestra y a continuación se llena el recipiente de muestreo.

### 5.3 Muestreo en descargas libres.

5.3.1. Cuando las aguas residuales fluyan libremente en forma de chorro, debe emplearse el siguiente procedimiento.

5.3.1.1 El recipiente muestreador se debe enjuagar repetidas veces antes de efectuar el muestreo.

5.3.1.2. Se introduce el recipiente muestreador en la descarga o de ser posible, se toma directamente la muestra en su recipiente.

5.3.1.3. La muestra se transfiere del recipiente muestreador al recipiente para la muestra, cuidando de que ésta siga siendo representativa.

### 5.4 Muestreo en canales y colectores.

5.4.1 Se recomienda tomar las muestras en el centro del canal o colector, de preferencia en lugares donde el flujo sea turbulento a fin de asegurar un buen mezclado.

5.4.1.1 Si se va a evaluar contenido de grasas y aceites se deben tomar precauciones, a diferentes profundidades, cuando no haya mucha turbulencia para asegurar una mayor representatividad.

5.4.2. El recipiente muestreador se debe enjuagar repetidas veces con el agua por muestrear antes de efectuar el muestreo.

5.4.3 El recipiente muestreador, atado con una cuerda y sostenido con la mano de preferencia enguantada, se introduce en el agua residual completamente y se extrae la muestra.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	6 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Muestreo de Aguas Residuales</i>	Junio 2001	01	05-01

5.4.4 Si la muestra se transfiere de recipiente, se debe cuidar que ésta siga siendo representativa.

5.5 Cierre de los recipientes de muestreo.

Las tapas o cierres de los recipientes deben fijarse de tal forma que se evite el derrame de la muestra.

5.6 Obtención de muestras compuestas.

5.6.1. Se recomienda que las muestras sean compuestas, para que representen el promedio de las variaciones de los contaminantes. El procedimiento para la obtención de dichas muestras es el siguiente:

5.6.1.1 Las muestras compuestas se obtienen mezclando muestras simples en volúmenes proporcionales al gasto o flujo de descarga, medido en el sitio y momento del muestreo.

5.6.1.2 El intervalo entre la toma de cada muestra simple para integrar la muestra compuesta, debe ser suficiente para determinar la variación de los contaminantes del agua residual.

5.6.1.3 Las muestras compuestas se deben tomar de tal manera que cubran las variaciones de la descarga durante 24 horas como mínimo.

5.7 Preservación de las muestras.

Sólo se permite agregar a las muestras los preservativos indicados en las normas de métodos de prueba.

5.8 Preservar la muestra durante el transporte por medio de un baño de hielo y conservar las muestras en refrigeración a una temperatura de 4 grados centígrados.

5.9 Se recomienda que el intervalo de tiempo entre la extracción de la muestra y su análisis sea el menor posible y que no exceda de tres días.

## 6. Apéndice.

6.1. Observaciones.

6.1.1. Es muy importante tomar las debidas precauciones de seguridad e higiene en el muestreo, en función del tipo de aguas residuales que se estén muestreando.

## 7. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-3, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.

## 8. Observaciones a la Técnica Analítica.



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	C. Maria de Jesús Camarillo Robles <i>[Signature]</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	IQI. Tomás Alvarado Miramar <i>[Signature]</i>	Junio 1999	3ª.	1 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>[Signature]</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua</i>	Junio 2001	02	05-02

**Procedimiento para la Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	IQI. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	2 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua</i>	Junio 2001	02	05-02

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	IQI. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	3 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua</i>	Junio 2001	02	05-02

## Procedimiento para la Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua

### 1. Objetivo.

Esta técnica cubre los métodos de prueba volumétrico y gravimétrico para determinar los sólidos sedimentables en agua.

NOTA: La determinación gravimétrica no es equivalente a la determinación volumétrica en ningún caso por la variabilidad de densidades de los desechos de cualquier tipo, por lo tanto, para fines del reglamento para la prevención y control de la contaminación de aguas, se informarán los resultados en ml / l.

### 2. Alcance.

Estos métodos son aplicables en aguas residuales y naturales (superficiales y marinas).

Los métodos a que se refiere esta técnica, se basan en la propiedad que tienen los materiales sólidos, de asentarse en niveles progresivos de acuerdo a sus diferentes densidades.

### 3. Referencias.

La técnica establece los métodos de prueba según aparecen en la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-04-1977 "Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Cono de sedimentación.
- 4.2 Bomba de vacío.
- 4.3 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 gr.
- 4.4 Estufa eléctrica capaz de mantener un intervalo de temperatura de 100-110°C.
- 4.5 Matraz kitasato con capacidad de 2 Lts.
- 4.6 Embudo Buchner de 11 cm. de diámetro.
- 4.7 Desecador de vidrio.
- 4.8 Papel filtro Whatman No. 40 de 11 cm. de diámetro o equivalente.
- 4.9 Material común de laboratorio.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	4 de 5	
Revisó:	IQL. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-02	
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua</i>							

## 5. Soluciones y Reactivos.

No aplica.

## 6. Procedimientos.

### 6.1 Determinación volumétrica.

6.1.1 Mezclar cuidadosamente la muestra original, a fin de asegurar una distribución homogénea de sólidos suspendidos a través de todo el cuerpo del líquido.

6.1.2 Llenar inmediatamente el cono de sedimentación hasta el aforo de un litro y dejar reposar durante 45 minutos para que se asienten las partículas, una vez transcurrido ese tiempo, agitar suavemente los lados del cono con un agitador o por rotación para que se sedimenten los sólidos adheridos a las paredes y dejar reposar la muestra otros 15 minutos. Leer directamente en el cono Imhoff.

### 6.2 Determinación gravimétrica.

6.2.1 Inmediatamente después del paso a-2, eliminar por decantación el agua del cono y verter el material sedimentado en un vaso de precipitados, recuperar totalmente las partículas sedimentadas agregando un poco de agua destilada al cono.

6.2.2 Filtrar el material recuperado a través de un papel filtro previamente tarado, empleando un equipo de vacío.

6.2.3 Pasar el material retenido junto con el papel filtro a una cápsula previamente tarada y secar en una estufa a 100-110 °C (60 minutos aproximadamente), inmediatamente introducirla al desecador hasta peso constante; usando la balanza analítica, por diferencia de peso se conoce el contenido de sólidos sedimentables.

6.3 El volumen de sólidos sedimentables por litro, se lee directamente en el cono Imhoff y se informa en ml/l.

6.4 El peso de sólidos sedimentables por litro se informa en mg/l.

## 7. Cálculos

Para determinar el peso de sólidos sedimentables por litro se utiliza la siguiente fórmula:

$$S.Se. = \frac{A - B}{v}$$



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	IQI. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	5 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos Sedimentables en Agua</i>	Junio 2001	02	05-02

Donde :

S.Se. = Sólidos sedimentables, en mg / l

A = Peso de papel filtro y cápsula con los sólidos sedimentables en mg.

B = Peso de papel filtro y cápsula en mg

V = Volumen de muestra original, en lts.

### 8. Precauciones.

Usar bata de algodón y guantes de hule al manejar y transferir la muestra al cono de sedimentación.

### 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX - AA - 04, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1997.

### 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	1 de 5
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Grasas y Aceites</i>	Junio 2001	02	05-03

**Procedimiento para la Determinación de Grasas y Aceites.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	2 de 5
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Grasas y Aceites</i>	Junio 2001	02	05-03

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

**Comisión del Agua del Estado de México****Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	3 de 5
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-03
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Determinación de Grasas y Aceites</i>						

**Procedimiento para la Determinación de Grasas y Aceites****1. Objetivo y Campo de Aplicación.**

Esta técnica establece el método para determinar el contenido de grasas y aceites en muestras de agua. El método consiste en acidificar una muestra para extraer las grasas y aceites en solución, la grasa es entonces separada por filtración y extraída con un solvente con ayuda del aparato Soxhlet, posteriormente se evapora el solvente y se cuantifica gravimétricamente el material extraído.

**2. Alcance.**

La técnica es aplicable en muestras de agua potable, superficiales o subterráneas, de desecho domésticos o industriales y salinas. El método es recomendable dentro de un intervalo de 5 a 1000 mg/dm<sup>3</sup> (mg/l) de materia extractable.

**3. Referencias.**

La presente técnica está en concordancia con la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-05-1980 "Aguas - Determinación de Grasas y Aceites", Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

**4. Equipo y Materiales.**

- 4.1. Aparato de extracción Soxhlet.
- 4.2. Placa de calentamiento con control de temperatura.
- 4.3. Bomba de vacío u otra fuente de vacío.
- 4.4. Estufa eléctrica, capaz de mantener 376 °K ( 103 °C ).
- 4.5. Balanza analítica con precisión de 0.1 mg.
- 4.6. Embudo Buchner de 12 cm. de diámetro.
- 4.7. Material común de laboratorio.

**5. Soluciones y Reactivos.**

Los reactivos que se mencionan, deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua se debe entender agua destilada.

- 5.1 Ácido clorhídrico concentrado o sulfúrico.
- 5.2 Suspensión de tierra de diatomeas - sílice ( Hyflo - supercal o equivalente ); 10 g/dm<sup>3</sup> ( g/l ) de agua.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	4 de 5	
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-03	
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Grasas y Aceites</i>							

- 5.3 Hexano normal con punto de ebullición de  $342^{\circ}\text{K}$  ( $69^{\circ}\text{C}$ ) ó freón ( 1,1,2 tricloro-1,2,2, trifluoretano ) de punto de ebullición de  $320.5^{\circ}\text{K}$  ( $47.5^{\circ}\text{C}$ ).
- 5.4 Cartuchos de extracción ( thimbles ).
- 5.5 Papel filtro de poro medio y de 11 cm. de diámetro.

## 6. Procedimiento.

- 6.1. Si la muestra no viene preservada, acidificar como se indica posteriormente.
- 6.2. Preparar un filtro con el disco de papel filtro, colocar en el embudo Buchner, humedecer el papel filtro.
- 6.3. Con ayuda del vacío pasar aproximadamente 100 ml de la suspensión de tierra de diatomáceas (hasta la saturación de los poros); se lava con un litro o menos de agua y aplicar el vacío hasta que toda el agua haya sido filtrada.
- 6.4. Pasar la muestra acidificada a través del filtro preparado. Aplicar el vacío hasta que toda el agua haya sido filtrada, recibiendo en un matraz de Kitazato de 2 litros.
- 6.5. Con una pinza transferir a un cartucho de extracción el papel filtro y el material adherido. Limpiar las caras y el fondo del recipiente colector, la tapa, y el embudo Buchner con pedazos de papel filtro remojado en el solvente que se va a usar, teniendo cuidado de transferir todas las capas de grasa formadas, y de recoger todo el material sólido, agregando los pedazos de papel filtro dentro del cartucho de extracción, evitando el manejo manual.
- 6.6. El filtrado del Kitazato es medido con una probeta para cuantificar el volumen de muestra.
- 6.7. Colocar los cartuchos de extracción en vasos de precipitados, llevar a sequedad en una estufa eléctrica a  $376^{\circ}\text{K}$  ( $103^{\circ}\text{C}$ ) durante 30 minutos, colocar el cartucho en el aparato de extracción Soxhlet, con el matraz al cual previamente se le ha determinado su masa.  
NOTA : Identificar el número de muestra en el vaso de precipitados pero nunca marcar el cartucho.
- 6.8. Adicionar solvente al matraz hasta la mitad de su capacidad. Colocar 1 cm de altura de algodón en la parte superior del refrigerante. Dejar el reflujo durante 4 horas a partir del primer ciclo de recirculación, controlando las condiciones de temperatura, hasta que dé un ciclo cada 3 minutos aproximadamente. Una vez terminado el tiempo de reflujo vaciar y escurrir el solvente que queda en el extractor al matraz.
- 6.9. Evaporar el solvente en baño maría a  $358^{\circ}\text{K}$  ( $85^{\circ}\text{C}$ ) y pasar el matraz a la estufa a  $376^{\circ}\text{K}$  ( $103^{\circ}\text{C}$ ) durante 30 minutos.
- 6.10. Dejar enfriar el matraz en un desecador durante un periodo de 30 minutos y determinar su masa.

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>			
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>			
	Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:
	Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	Página:
Título:	<i>Determinación de Grasas y Aceites</i>	Junio 2001	02	5 de 5
				No. de Doc.:
				05-03

## 7. Cálculos.

La cantidad de grasas y aceites se calcula por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{mg/l de grasas y aceites} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000 \times 1000}{V}$$

Donde :

$M_1$  = Masa del matraz vacío a masas constante, en g

$M_2$  = Masa de matraz con muestra, en g

$V$  = Volumen de muestra en ml

## 8. Precauciones.

- 8.1 Mantener preservada la muestra a un pH de 2 o menor con la adición de ácido sulfúrico concentrado o ácido clorhídrico concentrado y en refrigeración a 277 °K ( 4°C ), se recomienda no almacenarla más de 24 horas.
- 8.2 Las muestras no deben preservarse con cloroformo o benzoato de sodio cuando se vayan a hacer determinaciones de grasas.
- 8.3 Es preferible usar el triclorotrifluoretano en virtud de que no es inflamable.
- 8.4 Se recomienda no usar muestras compuestas para la determinación.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-05, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Public Health Associations, American Water Work Association, 17 edition, USA, 1989.
- Métodos Estándar para el Examen de Aguas y Aguas de Desecho, Editorial Interamericana S.A., Undécima Edición, México D.F., 1963.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Anibal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	1 de 4
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Materia Flotante</i>	Junio 2001	01	05-04

## Procedimiento para la Determinación de Materia Flotante en Aguas Residuales



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	2 de 4
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Materia Flotante</i>	Junio 2001	01	05-04

**Contenido**

1. Objetivo
2. Alcance
3. Referencias
4. Equipo y Material
5. Soluciones y Reactivos
6. Procedimiento
7. Cálculos
8. Precauciones
9. Bibliografía
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	3 de 4
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Materia Flotante</i>	Junio 2001	01	05-04

## Procedimiento para la Determinación de Materia Flotante en Aguas Residuales

### 1. Objetivo.

Establecer el método para determinar el contenido de materia flotante.

### 2. Alcance.

Aplicable únicamente para aguas residuales.

### 3. Referencias.

Esta técnica está en concordancia con la Norma Mexicana NMX-AA-06-1973 "Determinación de Materia Flotante en Aguas Residuales".

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Malla de material químicamente inerte que se adapta al embudo de filtración especificado en esta técnica, y con abertura de 3 mm.
- 4.2 Recipiente de boca no menor de 7 cm de diámetro, aforado a un volumen que se encuentra entre 2 y 5 litros.
- 4.3 Material común de laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

No aplicable.

### 6. Procedimiento.

- 6.1 Usando el recipiente, se toma la muestra simple directamente de la descarga.
- 6.2 Se deja sedimentar la muestra durante 15 minutos.
- 6.3 Se vierten aproximadamente las dos terceras partes superiores de la muestra a través de la malla, teniéndose cuidado de que la materia flotante que sobrenada, quede retenida en dicha malla.
- 6.4 Se permite el empleo de una cucharilla para arrastrar hacia la malla toda aquella materia flotante que todavía quedara sobre la superficie de la muestra que se está vertiendo o aquella adherida a las paredes del recipiente.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	4 de 4
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Materia Flotante</i>	Junio 2001	01	05-04

**7. Cálculos.**

No aplicable.

Inmediatamente después de filtrada la muestra, se procede al examen de la malla.

La ausencia de material retenido en la malla observado a simple vista, se considera como "ninguna" materia flotante retenida en la malla.

**8. Precauciones.**

En el caso de que la descarga sea inaccesible, se permite la toma de la muestra en el punto accesible del conducto más próximo a dicha descarga, siempre y cuando éste no obstaculice la libre salida del material flotante de la misma.

**9. Bibliografía.**

- Norma Mexicana NMX-AA-06, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1973.

**10. Observaciones a la Técnica Analítica.**



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	1 de 4
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Temperatura</i>	Junio 2001	02	05-05

**Procedimiento para la Determinación de la Temperatura.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	2 de 4
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Temperatura</i>	Junio 2001	02	05-05

**Contenido.**

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y materiales.
5. Soluciones y reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	3 de 4
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-05
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Determinación de Temperatura</i>						

### Procedimiento para la Determinación de la Temperatura

#### 1. Objetivo.

Establecer el método de prueba para determinar la temperatura.

#### 2. Alcance.

Este método es aplicable en aguas residuales y naturales (superficiales y marinas).

#### 3. Referencias.

Este método esta basado en la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-07, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial y en el Standard Methods.

#### 4. Equipo y Materiales.

Instrumentos medidores de temperatura.

Se permite el empleo de instrumentos medidores de temperatura, siempre y cuando se ajusten a las Normas Oficiales Mexicanas NMX -CH-5 "Termómetros industriales de vidrio" y NMX-CH-7 "Sistemas Termales Aplicados como elementos primarios de medición" en vigor, y cumplan cuando menos con los termómetros de vidrio.

#### 5. Soluciones y Reactivos.

No aplica.

#### 6. Procedimiento.

Determinar la temperatura de la muestra extraída según lo indicado en la norma NMX-AA-3 "Aguas residuales - Muestreo", y por inmersión directa del instrumento medidor de temperatura, esperando el tiempo suficiente para obtener mediciones constantes.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	4 de 4
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Temperatura</i>	Junio 2001	02	05-05

### 7. Cálculos.

Las lecturas se obtienen directamente de la escala del aparato medidor de temperatura y se informan en grados centígrados ( $^{\circ}\text{C}$ ) con aproximación de  $0.2^{\circ}\text{C}$ .

### 8. Precauciones.

Cuando se trate de agua residual, manéjese con más cuidado, además de usar guantes, mascarilla y lentes de seguridad.

### 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-07, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.
- APIA, WEF, AWWA, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 18 th Edition, Washington, 1992, pp. 126-127.

### 10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró: Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración: Junio 1999	Edición: 3ª	Página: 1 de 5
Revisó: Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia: Junio 2001	Revisión: 02	No. de Doc.: 05-06
Autorizó: QI. Antonio A. Chávez Martínez			
Título: <i>Determinación del pH</i>			

**Procedimiento para la Determinación de pH.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª.	Página:	2 de 5
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-06
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Determinación del pH</i>						

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	3 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación del pH</i>	Junio 2001	02	05-06

## Procedimiento para la Determinación de pH

### 1. Objetivo.

Establecer el método para determinar el valor del pH del agua.

### 2. Alcance.

Esta técnica determina el valor del pH de las aguas residuales y naturales (superficiales y marinas), ajuste de pH y neutralización ácido-base.

### 3. Referencias.

Esta técnica está basada en la Norma Oficial Mexicana NOM-AA-8-1980 y en el Standard Methods.

### 4. Equipo y Materiales.

#### 4.1 Medidor de pH.

El medidor de pH debe ser capaz de medir el pH de un agua en el intervalo de 0 a 14 por medio del empleo de un electrodo de vidrio y otro de referencia, o bien, un electrodo combinado.

El medidor de pH debe calibrarse con una solución reguladora patrón cuyo pH se encuentre cerca de aquél que se desea medir, y comprobarse usando cuando menos otras dos soluciones de pH diferente, uno menor y otro mayor de aquél en que se hizo la calibración.

La diferencia entre cualquiera de las tres lecturas y el pH propio de la solución patrón, no deben exceder de 0.1 unidades de pH.

Para fines de calibración, se permite el empleo de soluciones preparadas o semipreparadas, siendo responsabilidad del usuario de las mismas su correcta concentración.

A la temperatura ambiente de 298°K (25°C) y para cualquier voltaje de entrada, el error de indicación debido a la inexactitud de la calibración no debe exceder de 0.1 unidades de pH.

#### 4.2 Materiales.

Común de laboratorio: Vasos de precipitados de 30, 100, 250 y 500 ml, barras magnéticas, pipetas Pasteur, pissetas, pañuelos desechables.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	4 de 5
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación del pH</i>	Junio 2001	02	05-06

## 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Hidróxido de Sodio 1 N.
- 5.2 Acido Sulfúrico 1 N.
- 5.3 Solución Buffer de ftalato hidrógeno de potasio 0.05 M para pH de 4.01.
- 5.4 Solución Buffer de fosfatos (fosfato monobásico de potasio + fosfato dibásico de sodio) 0.025 M. para pH de 6.865.
- 5.5 Solución Buffer de carbonatos (bicarbonato de sodio + carbonato de sodio) 0.025 m para pH de 10.014.
- 5.6 Preparación de soluciones patrón para la calibración.

Notas: Los reactivos que se mencionan deben ser grado analítico, cuando se hable de agua, se entiende agua destilada.

Las cantidades de productos indicados en la Tabla deben prepararse tan pronto como se necesiten, disolviendo el material en agua a 25°C y diluyendo hasta 1000 ml, se usa agua con una conductividad específica de 2 µs/cm a 25°C y un pH de 5.6 a 6.0.

Para la preparación de soluciones de boratos y fosfatos, se hierve y enfría el agua, con el objeto de eliminar el CO<sub>2</sub> y obtener un pH de 6.7 a 7.3. El fosfato ácido de potasio y fosfato monosódico se deben secar en una estufa a 110°C - 130°C durante 2 horas.

## 6. Procedimiento.

- 6.1 Ajustar y calibrar el aparato siguiendo el procedimiento indicado en el manual del mismo, retirar el recipiente con la solución patrón y lavar los electrodos con agua quitando el exceso con un material adecuado de acuerdo a las instrucciones del fabricante del aparato, evitando friccionar la superficie de los electrodos.
- 6.2 Efectuar la determinación del pH en la muestra a la temperatura de 298 °K ( 25 °C ) o a la que fue calibrado con las soluciones patrón, de acuerdo con las indicaciones del manual del aparato.

## 7. Cálculos.

El resultado se lee directamente en la carátula del aparato.

## 8. Precauciones.

- 8.1 Usar guantes, mascarilla y lentes de seguridad, sobre todo cuando se trata de ajuste de pH en agua residual.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	5 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación del pH</i>	Junio 2001	02	05-06

8.2 Cuando hay formación de cristales en la parte interna del electrodo, se elimina la solución y se lava internamente con agua destilada para eliminar los cristales; ya limpio el electrodo se llena con una solución de KCl 4 M o con solución de KCl 4 M saturada con AgCl, según sea el electrodo.

8.3 Lavar el electrodo con agua jabonosa, en caso de realizar mediciones a muestras grasosas.

8.4 En caso de tener baja respuesta del electrodo, colocarlo en una solución de HCl (1:1) durante 15 minutos, lavarlo con abundante agua y volver a realizar la calibración.

## 9. Bibliografía.

- Norma oficial Mexicana NMX-AA-08, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.
- APHA, WEF, AWWA, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 18 th Edition, Washington, 1992, pp. 429-432.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Ricardo Porras Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	1 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Oxígeno Disuelto</i>	Junio 2001	02	05-07

**Procedimiento para la Determinación de Oxígeno Disuelto.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo Porras Rangel <i>R.P.R.</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>T.A.M.</i>	Junio 1999	3ª.	2 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>A.A.C.M.</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Oxígeno Disuelto</i>	Junio 2001	02	05-07

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencia.
4. Equipo y materiales.
5. Soluciones y reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo Porras Rangel	RAP	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	3 de 6
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	TAM	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-07
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	AACM						
Título:	<i>Determinación de Oxígeno Disuelto</i>							

## Procedimiento para la Determinación de Oxígeno Disuelto

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el procedimiento a seguir para la determinación de oxígeno disuelto, por el método de winkler simple o modificado.

### 2. Alcance.

Este método es aplicable para muestras de aguas naturales (superficiales y subterráneas) y residuales, pero no para aquellas que contengan sulfito, tiosulfato, politionato, cantidades apreciables de cloro o hipoclorito, para muestras con alto contenido de sólidos en suspensión, con contenido de sustancias orgánicas las cuales sean fácilmente oxidadas en una dilución altamente alcalina o que se oxidan por el yodo libre en una solución ácida. Así mismo, no es aplicable para muestras coloreadas.

### 3. Referencias.

Esta técnica es acorde a la Norma Mexicana en vigor, NMX-AA-12 y se complementa con la Norma NOM-Z-1 "Sistema general de unidades de medida - Sistema (SI) de unidades".

### 4. Equipo y Materiales

- 4.1 Botellas de vidrio de boca angosta, de 300 cm<sup>3</sup> (ml) de capacidad con tapón esmerilado, preferentemente tipo DBO.
- 4.2 Pipetas de 5 cm<sup>3</sup> y 10 cm<sup>3</sup> con punta larga graduada en 0.1 cm<sup>3</sup> (ml).
- 4.3 Material común de laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Las sustancias y soluciones que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua, debe entenderse agua destilada.

#### 5.1 Reactivos.

- 5.1.1 Tiosulfato de sodio pentahidratado. ( Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O ).
- 5.1.2 Hidróxido de sodio o hidróxido de potasio ( NaOH ) ó ( KOH ).
- 5.1.3 Cloroformo ( CHCl<sub>3</sub> ).
- 5.1.4 Yoduro de sodio o yoduro de potasio ( NaI ) ó ( KI ).

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Téc. Ricardo Porras Rangel <i>RAP</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TA</i>	Junio 1999	3ª.	4 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<b><i>Determinación de Oxígeno Disuelto</i></b>	Junio 2001	02	05-07

- 5.1.5 Yoduro mercúrico (  $HgI_2$  ).
- 5.1.6 Acido sulfúrico concentrado (  $H_2SO_4$  ).
- 5.1.7 Diyodato de hidrógeno y potasio (  $KH(IO_3)_2$  ).
- 5.1.8 Sulfato manganoso ( Monohidratado, dihidratado, tetrahidratado o polihidratado (  $MnSO_4 \cdot nH_2O$  ).
- 5.1.9 Acido salicílico (  $C_7H_6O_3$  ) o tolueno (  $C_7H_8$  ).
- 5.1.10 Nitruro de sodio (  $NaN_3$  ), ( ácida ).
- 5.1.11 Almidón soluble.
- 5.1.12 Fluoruro de potasio dihidratado (  $KF \cdot 2H_2O$  ).

## 5.2 Soluciones.

### 5.2.1 Solución de sulfato manganoso.

Disolver 480 g. de  $MnSO_4 \cdot 4H_2O$  ó bien 400 g. de  $MnSO_4 \cdot 2H_2O$  ó 364 g de  $MnSO_4 \cdot H_2O$  en agua, filtrar y aforar a un  $dm^3$  ( un litro ). Esta solución se debe utilizar siempre y cuando no dé color con almidón al adicionarle una solución ácida de yoduro de potasio.

### 5.2.2 Solución alcali-yoduro-nitruro.

Disolver 500 gr. de NaOH y 136 g de NaI ó 700 g de KOH y 150 de KI en agua, diluir a un  $dm^3$  ( un litro ) con agua. A esta solución agregar 10 g de  $NaN_3$  disueltos en 40 ml de agua. Esta solución no debe dar color con solución de almidón cuando se diluya y acidifique.

### 5.2.3 Solución de fluoruro de potasio.

Disolver 40 g de  $KF \cdot 2H_2O$  en agua y aforar a 100 ml.

### 5.2.4 Solución indicadora de almidón.

Disolver 10 g de almidón en un litro de agua hirviendo, dejar hervir durante 3 ó 4 minutos y dejar reposar durante un mínimo de 12 horas. Usar únicamente el líquido sobrenadante.

### 5.2.5 Solución patrón de tiosulfato de sodio, 1.0 N.

Disolver 248.2 g de  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  en agua recién hervida y fría, se afora a un litro. Si se desea preservar la solución debe añadirse 5 ml de cloroformo o un gramo de hidróxido de sodio.

### 5.2.6 Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.025 N.

Se prepara bien, sea por dilución de 25 ml de la solución patrón de tiosulfato de sodio 1.0 N a un aforo de 1 litro, o bien por disolución de 6.205 g de  $Na_2S_2H_2O$  en agua destilada recién hervida y fría, y aforado a un litro.

### 5.2.7 Valoración del tiosulfato de sodio 0.025 N.

Se disuelve 1 g de Yoduro de Potasio (KI) exento de Yodo, en un matraz Erlenmeyer con 50 ml de agua destilada, se agregan 5 ml de ácido sulfúrico concentrado y a continuación, exactamente 10 ml de solución dicromato de potasio 0.025 N. Se titula el yodo liberado con la solución de tiosulfato de sodio 0.025 N, agregando solución indicadora de almidón hacia el final de la titulación, cuando se alcance un color paja pálido; para conocer la concentración de la solución de tiosulfato de sodio se aplica la siguiente fórmula:

*Normalidad de*

*solución de tio- = (0.025 N dicromato de potasio)(10 ml dicromato de potasio)*  
*sulfato de sodio ml de tiosulfato de sodio consumidos en la valoración*



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo Porras Rangel <i>R.P.R.</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>T.A.M.</i>	Junio 1999	3ª.	5 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>A.A.C.M.</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Oxígeno Disuelto</i>	Junio 2001	02	05-07

Nota : Es necesario ajustar la solución de tiosulfato de sodio 0.025 N para facilitar los cálculos, aunque puede utilizarse con la concentración o normalidad que se obtenga.

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Método de Winkler (modificación de Alsterberg).

En el mismo frasco para oxígeno disuelto en el cual se recolecto la muestra, se procede de la siguiente manera:

- 6.1.1 Se agregan 2 ml. de sulfato manganoso, 2 ml. del reactivo alcali-yoduro-nitruro.
- 6.1.2 Ambas adiciones se deben hacer por abajo de la superficie del líquido.
- 6.1.3 Se coloca el tapón con cuidado para evitar burbujas dentro del frasco, se agita varias veces el frasco por inversión, se deja que se sedimente el precipitado hasta aproximadamente dos tercios de la altura del frasco.
- 6.1.4 Se destapa cuidadosamente el frasco y se agrega enseguida 2 ml de ácido sulfúrico concentrado, dejando que éste escurra por el cuello del frasco, se tapa nuevamente y se agita hasta que la disolución sea completa.
- 6.1.5 Se deja reposar 5 minutos y se toma un volumen de 100 ml, se titula con tiosulfato de sodio, 0.025 N., hasta un color amarillo paja.
- 6.1.6 Se adicionan de 1 a 2 ml de solución de almidón ( da un color azul ), se continúa la titulación hasta la primera desaparición de color azul, se anotan los mililitros de tiosulfato gastados.

## 7. Cálculos.

La concentración de oxígeno disuelto debe calcularse en la muestra con la siguiente fórmula:

$$\text{mg/l de O}_2 = \frac{a \times N \times 8000}{b}$$

En donde:

a = Volumen de tiosulfato gastados, en  $\text{cm}^3$ .

N = Normalidad del tiosulfato de sodio.

b = Volumen de muestra usados ( 98.7 )  $\text{cm}^3$  ( ml ).

NOTA.- Los 98.7  $\text{cm}^3$  son por el desplazamiento de volumen con adición de los reactivos.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Ricardo Porras Rangel <i>RAP</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>A</i>	Junio 1999	3ª.	6 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>A</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Oxígeno Disuelto</i>	Junio 2001	02	05-07

## 8. Precauciones.

- 8.1 Se recomienda usar el método electrométrico cuando haya en la muestra interferencias de color o presencias de sustancias oxidantes y reductoras, debiéndose apegar al instructivo del fabricante del equipo.
- 8.2 En el caso de que se desee preservar la solución de almidón se deben agregar 1.26 g de ácido salicílico por litro de solución o 10 gotas de tolueno y mantenerse en refrigeración.
- 8.3 Utilizar equipo de seguridad de laboratorio el cual consta de:
  - Bata de laboratorio.
  - Guantes de látex.
  - Goggles.
  - Mascarilla de seguridad.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-12-1980. "Determinación de Oxígeno Disuelto", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, American Water Works Association, 17 edition, USA, 1989.
- Métodos Estándar para el Examen de Aguas y Aguas de Desecho, Editorial Interamericana, S.A., Undécima Edición, México D.F., 1963.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	1 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para el Muestreo de Cuerpos Receptores</i>	Junio 2001	02	05-08

**Procedimiento para el Muestreo de Cuerpos Receptores.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TA</i>	Junio 1999	3ª.	2 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para el Muestreo de Cuerpos Receptores</i>	Junio 2001	02	05-08

### Contenido

1. Objetivo
2. Alcance
3. Referencias
4. Equipos y Materiales
5. Soluciones y Reactivos
6. Procedimiento
7. Cálculo
8. Precauciones
9. Bibliografía
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	3 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para el Muestreo de Cuerpos Receptores</i>	Junio 2001	02	05-08

## Procedimiento para el Muestreo de Cuerpos Receptores

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece los lineamientos generales y recomendaciones para el muestreo en cuerpos receptores de aguas, con el fin de determinar sus características físicas, químicas y bacteriológicas, debiéndose observar las modalidades indicadas en las Normas de Métodos de Prueba correspondientes.

### 2. Alcance.

Aplicable a cuerpos receptores de aguas superficiales, excluyendo aguas estuarinas y aguas marinas.

### 3. Referencia.

Esta técnica se establece de acuerdo a lo estipulado en la Norma Mexicana NMX-AA-14-1980 "Cuerpos Receptores-Muestreo".

### 4. Equipos y Materiales.

#### 4.1 Recipientes para el transporte y conservación de las muestras.

##### 4.1.1 Material de los recipientes.

Los recipientes para las muestras deben ser de materiales inertes al contenido de las mismas. En el caso de los recipientes para muestras a las que se les va a efectuar análisis bacteriológicos deben de ser de materiales resistentes a presiones y temperaturas requeridas para la esterilización.

##### 4.1.2 Tapas o cierres.

Las tapas deben proporcionar un cierre hermético en los recipientes y ser de un material afín al del recipiente.

##### 4.1.3 Los recipientes deben tener una capacidad mínima de 2 litros. En el caso de los recipientes para análisis bacteriológicos la capacidad debe ser no mayor de 250 ml.

#### 4.2 Etiquetas para las muestras.

##### 4.2.1 Se debe tomar las precauciones necesarias para que en cualquier momento sea posible identificar las muestras. Se deben emplear etiquetas pegadas o colgadas, o numerar los frascos anotándose la información en una hoja de registro.

##### 4.2.2 Estas etiquetas deben contener como mínimo la siguiente información:



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	4 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para el Muestreo de Cuerpos Receptores</i>	Junio 2001	02	05-08

- Cuerpo receptor en estudio.
- Número y nombre de la estación.
- Identificación de la descarga.
- Número de la muestra.
- Fecha y hora de muestreo.
- Nombre y firma de la persona que efectúa el muestreo.
- Análisis a efectuar.

4.2.3 Se debe utilizar papel y tinta tales, que no sufra alteraciones con el agua.

4.3 Hoja de registro.

4.3.1 Se debe llevar una hoja de registro con la información que permite identificar el origen de la muestra y todos los datos que en un momento dado permiten repetir el muestreo.

4.3.2 La hoja de registro debe contener la siguiente información:

4.4 Los datos citados en el inciso.

4.4.1 Resultados de pruebas de campo practicadas en la zona estudiada, sobre diferentes planos de la misma.

4.4.2 Temperatura ambiental, temperatura del agua, pH y gasto.

4.4.3 Localización de las estaciones de muestreo.

4.4.4 Descripción detallada de las estaciones de muestreo, de manera que cualquier persona pueda tomar otras muestras en el mismo lugar.

4.5 Equipo de recolección de muestras.

4.5.1 Muestreadores automáticos.- Se permite su empleo siempre y cuando se operen de acuerdo con las instrucciones del fabricante del equipo muestreador, dándoles el correcto y adecuado mantenimiento, asegurándose de obtener muestras representativas del cuerpo receptor.

4.5.2 Recipiente muestreador.- Debe reunir las siguientes características:

- Ser de material inerte al tipo de aguas del cuerpo receptor.
- Estar provisto de un mecanismo, que permita el muestreo a diferentes niveles.
- Su capacidad debe ser tal, que la muestra sea representativa del estrato o nivel muestreado.

4.6 Material común de laboratorio.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Anibal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	5 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para el Muestreo de Cuerpos Receptores</i>	Junio 2001	02	05-08

## 5. Soluciones y reactivos.

Sólo se permite agregar a las muestras los reactivos y soluciones utilizados como preservativos, los indicados en las normas de métodos de prueba.

## 6. Procedimiento.

Cualquiera que sea el método de muestreo específico que se aplique a cada caso, debe cumplir con los siguientes requisitos:

- 6.1 Las muestras deben ser representativas de las condiciones que existan en el sitio y hora de muestreo y tener el volumen suficiente para efectuar en él las determinaciones correspondientes.
- 6.2 Para el muestreo en cuerpos receptores, se debe establecer una red de muestreo que represente las condiciones particulares del cuerpo receptor, debiéndose tomar las muestras en la parte superior, media o inferior.
- 6.3 Con el objeto de conocer las variaciones de las condiciones particulares del cuerpo receptor, se debe establecer un ciclo anual de muestreo que cubra las épocas de precipitación pluvial y estiaje.
- 6.4 Al efectuarse el muestreo deben anotarse los datos según se indica.
  - 6.4.1 Muestreo en corrientes.

Se debe muestrear y aforar en los siguientes puntos:

    - Aguas arriba de la descarga, a una distancia tal, que no se manifieste influencia de ésta.
    - En la descarga misma, lo más próximo posible a su desembocadura al cuerpo receptor.
    - Aguas abajo de la descarga, a una distancia tal, que se considere se haya efectuado una mezcla uniforme de la descarga en el cuerpo receptor.
    - Se recomienda muestrear a una distancia tal, que se considere que el cuerpo receptor haya absorbido el efecto de la, para apreciar el grado de recuperación del cuerpo receptor.
- 6.5 Para fines de estudio del cuerpo receptor, se debe muestrear en aquellos sitios en que se aprecien cambios fuertes de sección, caídas, zonas cubiertas de lirio u otros organismos eutrificantes.
- 6.6 Muestreo en lagos, lagunas, presas y embalses.

Los sitios de muestreo, además de los indicados, anteriormente deben ser:

  - En los efluentes, antes de desembocar al cuerpo receptor.
  - Dentro del cuerpo receptor, donde se aprecie una mezcla uniforme con los afluentes.
  - En las salidas del cuerpo receptor.
- 6.7 Cierre de los recipientes de muestreo.

Las tapas o cierres de los recipientes deben fijarse de tal forma que se evite el derrame de la muestra.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	I.Q. Aníbal Fentanes Moreno	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	6 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para el Muestreo de Cuerpos Receptores</i>	Junio 2001	02	05-08

## 6.8 Transporte de las muestras.

6.8.1 Durante el tiempo de transporte de la muestra, del sitio de muestreo al laboratorio, las muestras deben mantenerse a baja temperatura, bajo las condiciones específicas del análisis a efectuar.

6.8.2 El tiempo de transporte de las muestras al laboratorio, dependerá del tipo de análisis a desarrollar y de los preservativos empleados.

## 6.9 Preservación de las muestras.

Como ya se mencionó sólo se permite agregar a las muestras los preservativos indicados en las Normas de Métodos de Prueba.

## 7. Cálculos.

No aplicable.

## 8. Precauciones.

Es muy importante tomar las debidas precauciones de seguridad y de higiene en el muestreo, en función del tipo de cuerpo receptor que se esté muestreando.

Se recomienda mantener las muestras a una temperatura de  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-14, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega <i>EM</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª.	1 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color</i>	Junio 2001	02	05-09

## Procedimiento para la Determinación de Color



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	2 de 9
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color</i>	Junio 2001	02	05-09

**Contenido.**

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y materiales.
5. Soluciones y reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	3 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color</i>	Junio 2001	02	05-09

## Procedimiento para la Determinación de Color

### 1. Objetivo.

Establecer el método de prueba espectrofotométrica para la determinación de color en agua.

### 2. Alcance.

El método espectrofotométrico se aplica a muestras de cualquier origen potable (aguas superficiales) y aguas de desecho (domésticas e industriales). Este método es seleccionado para el análisis de la mayoría de las muestras tomadas en plantas de tratamiento de aguas residuales, ya que no pueden ser analizadas por el método de comparación visual debido al tipo de interferencia que llega a presentarse.

### 3. Referencias.

Este método se complementa con las Normas Oficiales Mexicanas en vigor: NOM-AA-3 "Aguas Residuales - Muestreo" y "NOM-AA-14 "Cuerpos Receptores - Muestreo".

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Espectrofotómetro.- Con un ámbito efectivo de operación de longitud de onda.
- 4.2 Sistema de filtración.- Matraces de filtración al vacío de 250 ml. con válvula de tres pasos, porta crisol micrometálico de filtración con poros de 40 micras y sistema de vacío ( Ver figura 1 ).
- 4.3 Centrifuga.

### 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se mencione la palabra agua, se debe entender agua destilada.
- 5.2 Ácido sulfúrico, ( $H_2SO_4$ ) concentrado.
- 5.3 Hidróxido de sodio ( $NaOH$ ).



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	4 de 9
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color</i>	Junio 2001	02	05-09

Sistema de Filtración

Figura No. 1



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega <i>EW</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª.	5 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color</i>	Junio 2001	02	05-09

## 6. Procedimiento.

Se toman dos porciones de la muestra original de 50 ml. cada una, a la temperatura ambiente. Se usa una muestra con su pH original y la otra se ajusta a un pH 7.6, usando ácido sulfúrico concentrado o hidróxido de sodio, según se requiera.

6.1 Centrifugar las muestras para eliminar sólidos en suspensión y cada muestra tratarla separadamente en la forma siguiente:

6.1.1. Mezclar cuidadosamente 0.1 g de auxiliar de filtración <sup>(\*)</sup> con una porción de 10 ml de la muestra centrifugada; filtrar la suspensión resultante para formar una capa previa en el crisol de filtración, recibiendo el filtrado en el matraz utilizado para desechos.

6.2. Mezclar 0.04 g de auxiliar de filtración con 35 ml de muestra centrifugada y mientras se mantiene el vacío, filtrar a través de la capa y pasar al matraz de desechos, repitiéndose la operación hasta que el filtrado sea claro; para alcanzar este punto dar vuelta a la llave de tres pasos para que el filtrado se colecte en el matraz de muestra clarificada, de donde se toman 25 ml para la determinación de la transmitancia.

6.3. Calibrar el Espectrofotómetro con una celda llena con agua bidestilada a 100 % de transmitancia, ya calibrado proceder a las lecturas de las transmitancias de la muestra para cada longitud de onda presentado en la tabla 1, pueden usarse las 10 ordenas marcadas con asteriscos para trabajos rutinarios a las 30 ordenadas para investigación.

Factores cuando se usan 30 ordenadas

0.03269      0.03333      0.03938

Factores cuando se usan 10 ordenadas

0.0986      0.10000      0.11814

## 7. Cálculos.

Para facilitar los cálculos se debe poner la transmitancia obtenida, en el lugar de la longitud de onda.

7.1. Tabular los valores de transmitancia correspondientes a la longitud de onda de las columnas x, y, z, donde "y" es el porcentaje de luminancia de la muestra.

7.2. Calcular los coeficientes cromáticos X e Y de los valores triestímulos X, Y, Z, por las ecuaciones siguientes:

<sup>(\*)</sup>Celite No. 505 o equivalente. Celite filter Aid (IQI) nombre: registrado de productos preparados con tierra de diatomeas.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega <i>EMV</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RMA</i>	Junio 1999	3ª.	6 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>AACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color</i>	Junio 2001	02	05-09

$$X = \frac{X}{X+Y+Z} \text{ ----- (1)}$$

$$Y = \frac{Y}{X+Y+Z} \text{ ----- (2)}$$

7.3. Localizar los puntos X, Y en los diagramas de cromaticidad de las figuras 2a, determinar la longitud de onda dominante en nm y el porcentaje de pureza en el mismo diagrama. El tono de la muestra será determinado a partir de la longitud de onda dominante de acuerdo con la tabla I.

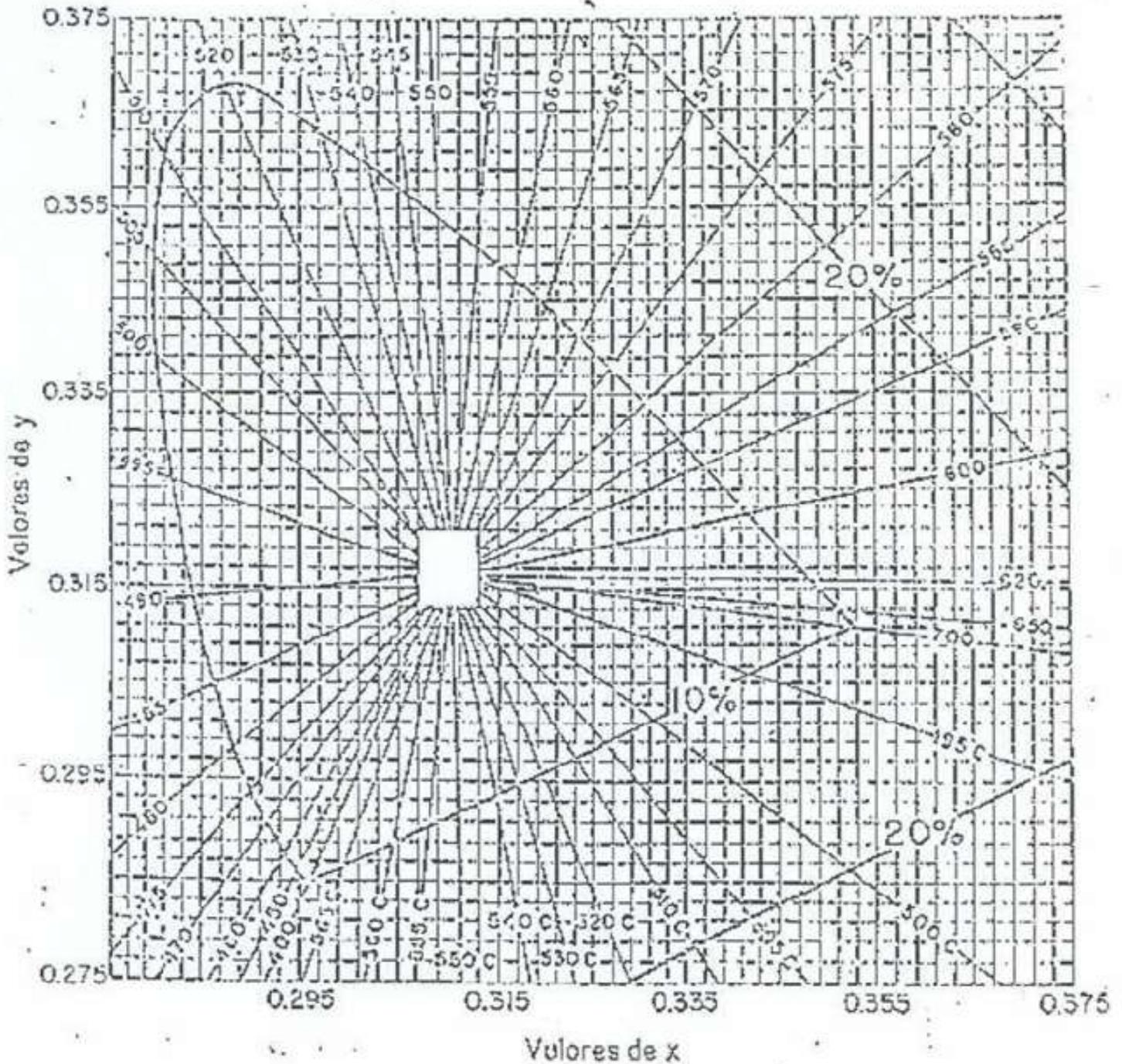


Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró: Téc. Eduardo Monroy Vega  
Revisó: Biól. Rosa María Mejía Aupart  
Autorizó: Ql. Antonio A. Chávez Martínez  
Título: *Determinación de Color*

Elaboración:	Edición:	Página:
Junio 1999	3ª.	7 de 9
Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Junio 2001	02	05-09

Diagrama de Cromaticidad (2)

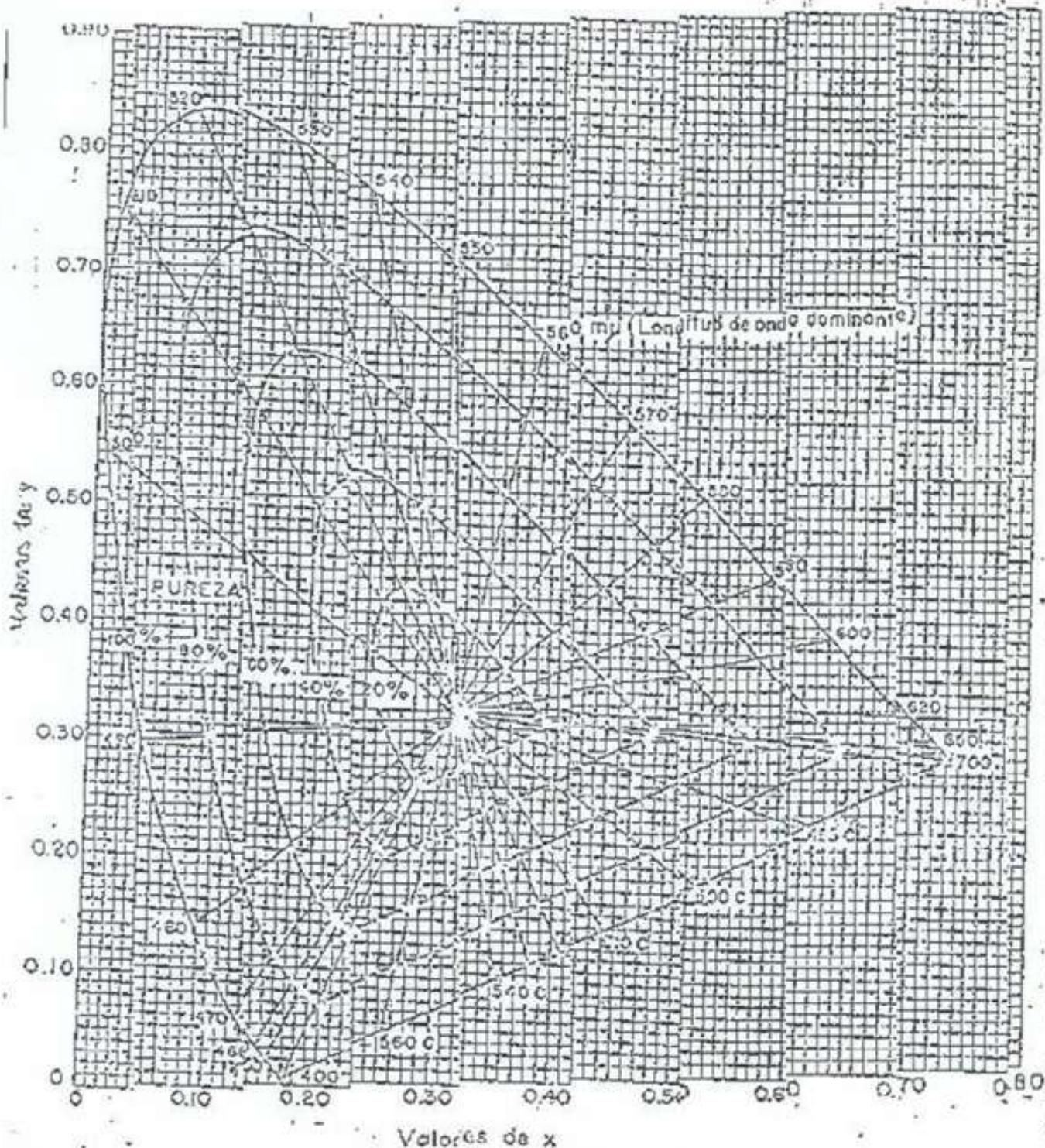




Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	8 de 9	
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-09	
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Color</i>							

Diagrama de Cromaticidad (2 a)





Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	9 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color</i>	Junio 2001	02	05-09

Tabla 1

Ambito de longitud de onda nm.	Tono
400 - 465	Violeta
465 - 482	Azul
482 - 497	Azul - verdoso
497 - 530	Verde
530 - 575	Verde amarillento
575 - 580	Amarillo
580 - 587	Anaranjado amarillento
587 - 598	Anaranjado
598 - 620	Anaranjado rojizo
620 - 700	Rojo
400 - 530c	Púrpura azulado
530c - 700	Púrpura rojizo

### 8. Precauciones.

Para el manejo del  $H_2SO_4$  deben utilizarse lentes de seguridad, bata, y si es necesario, guantes y mandil de hule butílico o neopreno, en un lugar bien ventilado. No usar lentes de contacto.

### 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX - AA - 17, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.
- LENGA R,E The sigma - Aldrich Library of Chemical Safety Data, 2ª Edition, Sigma Aldrich Co., EE.UU., 1988.

### 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	1 de 4
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos Disueltos Totales</i>	Junio 2001	02	05-10

**Procedimiento para la Determinación de Sólidos Disueltos Totales.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	2 de 4
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos Disueltos Totales</i>	Junio 2001	02	05-10

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	3 de 4
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos Disueltos Totales</i>	Junio 2001	02	05-10

## Procedimiento para la Determinación de Sólidos Disueltos Totales

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el procedimiento de prueba para la determinación de sólidos disueltos totales en agua.

### 2. Alcance.

La técnica abarca a cualquier tipo de aguas de origen natural, industrial, agropecuario y municipal a fin de obtener la cantidad de sustancias sólidas disueltas en ella.

Sólidos disueltos totales son las sustancias orgánicas e inorgánicas solubles presentes en el agua.

Los sólidos disueltos son parte del total de los sólidos contenidos en cualquier efluente, ya que se tienen sólidos suspendidos, sedimentables, flotantes y disueltos. La determinación puede realizarse por diferencia o directamente, según convenga. Los datos se obtienen en peso por unidad de volumen.

### 3. Referencias.

Se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas en vigor: NOM-AA-3 "Aguas Residuales - Muestreo" y NOM-AA-14 "Cuerpos Receptores - Muestreo".

### 4. Equipo y Materiales

- 4.1 Bomba de vacío.
- 4.2 Estufa eléctrica 373 °K - 393 °K ( 100 °C - 120 °C ).
- 4.3 Balanza analítica con capacidad de 100 g. ( +/- 0.0001 g. )
- 4.4 Mufla eléctrica.
- 4.5 Cápsula de porcelana con capacidad de 75 ml.
- 4.6 Crisol gooch poro fino.
- 4.7 Matraz kitasato de 1 a 2 litros de capacidad.
- 4.8 Filtro de fibra de vidrio.
- 4.9 Pinzas para crisol.
- 4.10 Desecador.
- 4.11 Material común de laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

No Aplica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	4 de 4
Revisó:	L.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-10
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Determinación de Sólidos Disueltos Totales</i>						

## 6. Procedimiento.

- 6.1 Mezclar uniformemente la muestra y filtrar a través de un crisol gooch, el cual previamente se ha preparado con un filtro de fibra de vidrio, hasta aproximadamente un volumen de 100 ml de filtrado.
- 6.2 En la cápsula de porcelana a la que previamente se le ha determinado su masa, verter 50 ml de la muestra filtrada y evaporar casi a sequedad.  
La cápsula con la muestra, someterla a sequedad en la estufa eléctrica a 376 °K- 388 °K ( 103 °C - 115 °C ), durante 30 minutos.
- 6.3 Emplear pinzas para pasar la cápsula al desecador y llevar a masa constante, por diferencia de masa entre la cápsula con la muestra evaporada y la masa original de la cápsula, se conoce el contenido de los sólidos disueltos por unidad de volumen.

## 7. Cálculos.

El contenido de los sólidos disueltos totales se obtiene con la siguiente expresión:

$$SDT = \frac{(P_2 - P_1) \times 1000 \times 1000}{V_0}$$

En donde:

P<sub>1</sub> = Masa de la cápsula, en g.

P<sub>2</sub> = Masa de la cápsula más el residuo de la muestra evaporada en g.

V<sub>0</sub> = Volumen de la muestra filtrada que se colocó en las cápsula, en ml.

SDT = Sólidos disueltos totales en mg/l.

## 8. Precauciones.

- 8.1 Durante el manejo de la muestra, usar bata de algodón.
- 8.2 Manipular la cápsula únicamente con guantes de hule y pinzas.
- 8.3 Verificar que el desecante del desecador no esté hidratado.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX - AA - 20, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª.	1 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno Total</i>	Junio 2001	03	05-11

**Procedimiento para la Determinación de Nitrógeno Total.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª	2 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno Total</i>	Junio 2001	03	05-11

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª.	3 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno Total</i>	Junio 2001	03	05-11

## Procedimiento para la Determinación de Nitrógeno Total

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método Kjeldahl para la determinación de nitrógeno total en aguas residuales y naturales.

### 2. Alcance.

Es aplicable para concentraciones mayores de 1.0 mg de nitrógeno/Litro.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NOM-AA-26. "Aguas-Determinación de Nitrógeno Total", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Balanza analítica de sensibilidad 0.0001 g.
- 4.2 Aparato para la determinación de  $N_2$  / Kjeldahl.
  - 4.2.1. Digestor con sistema de extracción de humos.  
Destilador con sistema de condensación para mantener la temperatura por debajo de 302 °K ( 29 °C ).
- 4.3 Matraz Kjeldahl de 800 ml.
- 4.4 Material común de laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Reactivos.- Cuando se hable de agua se debe entender agua bidestilada.  
Los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa.
  - 5.1.2 Óxido mercuríco rojo ( HgO ).
  - 5.1.3 Ácido sulfúrico concentrado (  $H_2SO_4$  ).
  - 5.1.4 Sulfato de potasio (  $K_2SO_4$  ).
  - 5.1.5 Hidróxido de sodio ( NaOH ).
  - 5.1.6 Tiosulfato de sodio pentahidratado (  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  ).
  - 5.1.7 Fenolftaleína disódica.
  - 5.1.8 Alcohol etílico o isopropanol.
  - 5.1.9 Ácido bórico (  $H_3BO_3$  ).
  - 5.1.10 Rojo de metilo.
  - 5.1.11 Azul de metileno.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4ª.	Página:	4 de 6
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-11
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno Total</i>						

5.1.12 Tetraborato de sodio ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ).

5.2 Preparación de soluciones.

5.2.1 Solución amortiguadora.- Agregar 88 ml de una solución de hidróxido de sodio 0.1 N a 500 ml de solución de tetraborato de sodio ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) 0.025 N y aforar a 1 litro.

5.2.2 Solución de sulfato mercúrico.- Disolver 8 g de óxido mercúrico rojo ( $\text{HgO}$ ) en 50 ml de ácido sulfúrico (1:5) y aforar a 100 ml con agua.

5.2.3 Solución de ácido sulfúrico - *sulfato mercúrico* - *sulfato de potasio*.

- Disolver 134 g de sulfato de potasio ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) en 650 ml de agua, agregar 200 ml de ácido sulfúrico concentrado.

- Añadir 25 ml de solución de sulfato mercúrico y aforar a 1 litro.

Este reactivo deberá mantenerse a una temperatura mayor de  $14^\circ\text{C}$  para evitar que se cristalice.

5.2.4 Solución de hidróxido de sodio - *tiosulfato de sodio*.- Disolver 500 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) y 25 g de tiosulfato de sodio ( $\text{NaOH}$ ) y 25 g de tiosulfato de sodio pentahidratado ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) en agua y aforar a 1 litro.

5.2.5 Solución indicadora de Fenolftaleína: Disolver 5 g de sal de fenolftaleína disódica en agua y aforar a 1 litro. Si es necesario, añadir hidróxido de sodio 0.02 N gota a gota hasta que la solución alcance un ligero color rosado. Disolver 5g de sal de fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico al 95% o isopropanol y aforar a 1 litro con agua. Es necesario agregar hidróxido de sodio 0.02 N gota a gota hasta que la solución alcance un ligero color rosado.

5.2.6 Solución de ácido sulfúrico 0.02 N.

5.2.7 Solución de hidróxido de sodio 6 N.

5.2.8 Solución de hidróxido de sodio 0.1 N.

5.2.9 Solución de hidróxido de sodio 0.02 N.

5.2.10 Solución de ácido bórico.- Disolver 20 g de ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) en agua, agregar 10 ml de la solución indicadora y aforar a 1 litro.

5.2.11 Solución indicadora mixta.- Se mezclan los volúmenes de rojo de metilo al 0.2% en etanol con un volumen de azul de metileno al 0.2% en etanol. Esta solución debe prepararse por lo menos cada 30 días.

**6. Procedimiento.**

6.1 *Nitrógeno amoniacal.*

6.1.1 Tomar una muestra dependiendo de las concentraciones esperadas, diluir con agua hasta 300 ml.

6.1.2 Preparar un testigo con 300 ml de agua y darle el mismo tratamiento que a la muestra como sigue:

6.1.2.1 Añadir 25 ml de solución amortiguadora de boratos y ajustar el pH a 9.5 con solución de hidróxido de sodio 6.0 N, utilizando potenciómetro o papel indicador para verificar.

6.1.2.2 Transferir la solución a un matraz Kjeldahl. Conectar el matraz Kjeldahl al bulbo del aparato de destilación; destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de  $302^\circ\text{K}$  ( $29^\circ\text{C}$ ), recolectando el condensado con la punta del tubo del refrigerante sumergido en 50 ml de la solución de ácido bórico del matraz receptor.

Comisión del Agua del Estado de México

Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4ª	Página:	5 de 6	
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-11	
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno Total</i>							

Nota: La destilación se completa cuando se hayan recolectado 200 ml. de destilado aproximadamente, incluyendo los 50 ml de la solución de ácido bórico con la solución indicadora mixta.

6.1.2.3 Retirar el matraz colector y titular con solución de ácido sulfúrico 0.02 N hasta que la solución vire de un verde esmeralda a un café rojizo.

## 6.2 Nitrógeno orgánico.

6.2.1 Dejar enfriar el residuo contenido en el matraz Kjeldahl, producto de la destilación. Añadir 50 ml de la solución de ácido sulfúrico - sulfato mercurico - sulfato de potasio. Conectar al aparato de digestión. Calentar la mezcla en el matraz Kjeldahl a una temperatura que no exceda de 644 °K ( 371 °C ) hasta que los gases de SO<sub>3</sub> ( vapores blancos ) sean eliminados y la solución se torne incolora o amarillo pálido, a partir de este momento se mantiene el calentamiento durante 20 minutos más. La digestión se debe efectuar bajo condiciones satisfactorias de ventilación y extracción de gases.

6.2.2 Dejar enfriar la solución, añadir 300 ml de agua y 5 gotas de la solución indicadora de Fenolftaleina.

6.2.3 Sostener el matraz en posición ligeramente inclinada y agregar 50 ml aproximadamente de solución de hidróxido de sodio - tiosulfato de sodio con lento escurrimiento por las paredes del matraz y sin mezclar, hasta que el matraz de digestión sea conectado al aparato de destilación, procurando formar dos capas.

6.2.4 Conectar inmediatamente el matraz al bulbo del aparato de destilación. Agitar y verificar la alcalinidad de la solución de acuerdo al cambio de color de la misma ( de incoloro a rosa ). En caso de que no se haya alcanzado la alcalinidad, agregar un exceso de la solución de hidróxido de sodio - tiosulfato de sodio hasta la obtención de una coloración rosa. La muestra se destila, cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302K ( 29°C ), recolectando el condensado con la punta del tubo del refrigerante sumergida en 50 ml de la solución de ácido bórico del matraz receptor.

Nota: La destilación se completa cuando se haya recolectado 200 ml de destilado aproximadamente, incluyendo los 50 ml de la solución de ácido bórico con la solución indicadora mixta.

6.2.5 Retirar el matraz colector y titular con solución de ácido sulfúrico 0.02 N hasta que la solución vire de un verde esmeralda a un café rojizo.

## 6.3 Nitrógeno total.

Esta determinación puede hacerse directamente siguiendo el procedimiento descrito para Nitrógeno Orgánico (Inciso 6.2).



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4°	6 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno Total</i>	Junio 2001	03	05-11

## 7. Cálculos

El nitrógeno amoniacal, orgánico y total en mg/l se calcula con la fórmula siguiente:

$$\text{Nitrógeno total en mg / l} = \frac{(A-B) \times N}{V} \times 14 \times 1000$$

En donde:

A = Volumen de solución de ácido sulfúrico empleado para titular la muestra, en ml, correspondiente al nitrógeno amoniacal, orgánico o total.

B = Volumen de solución de ácido sulfúrico empleado para titular el testigo, en ml.

N = Normalidad de la solución de ácido sulfúrico

V = Volumen de muestra, en ml.

14 = Equivalente del nitrógeno.

En el caso que B sea mayor que A, se repite la prueba ( Se recomienda emplear mayor volumen de muestra ).

O bien, el nitrógeno total en mg / l =

nitrógeno orgánico en mg/l + nitrógeno amoniacal en mg/l.

## 8. Precauciones.

Cuando se trate de agua residual, manéjese con más cuidado, además de usar guantes, mascarilla y lentes de seguridad.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-26 "Aguas-Determinación de Nitrógeno Total", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel <i>RAR</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª.	1 de 9
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

**Procedimiento para la Determinación de la  
Demanda Bioquímica de Oxígeno**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel <i>RAP</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>MS</i>	Junio 1999	3ª.	2 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>QI</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

### Contenido

1. Objetivo
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	3 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

## Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno

### 1. Objetivo.

Establecer la determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno en agua por el método de incubación durante cinco días.

### 2. Alcance.

Esta técnica cubre la determinación en aguas naturales y residuales.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NOM-AA-28-1981. "Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno". Dirección General de Normas; Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Aparatos y equipo utilizados para la determinación de oxígeno disuelto.
- 4.2 Incubadora capaz de mantener una temperatura de  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ .
- 4.3 Equipos de aereación: compresor trampa para grasas y difusor
- 4.4 Aparatos de uso común en el laboratorio.
- 4.5 Materiales de uso común en el laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser reactivos grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada.

5.1 Los mismos reactivos que se indican en la técnica de determinación de oxígeno disuelto.

5.2 Solución amortiguadora de fosfato.

Disolver 8.5 g de fosfato monobásico de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), 33.4 g de fosfato dibásico e sodio heptahidratado ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), 21.75 g de fosfato dibásico de potasio ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ) y 1.7 g de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) en 500 ml de agua y aforar a 1 litro, el pH de esta solución amortiguadora debe ser 7.2. sin ajuste alguno.

5.3. Solución de sulfato de magnesio.

Disolver 22.5 g de sulfato de magnesio heptahidratado ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en agua y diluir a un litro.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	4 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Titulo:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

#### 5.4. Solución de cloruro de calcio.

Disolver 27.5 g de cloruro de calcio anhidro ( $\text{CaCl}_2$ ) en agua y aforar a un litro.

#### 5.5. Solución de cloruro férrico.

Disolver 0.23 g de cloruro férrico hexahidratado ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en agua y aforar a un litro.

#### 5.6. Solución de ácido sulfúrico 0.1N.

Diluir 4.9 g (aproximadamente 3 ml) de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado de densidad 1.841 g/ml en agua y aforar a un litro.

#### 5.7. Solución de hidróxido de sodio 0.1N.

Disolver 1 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) en agua y aforar a un litro.

### 6. Procedimiento.

#### 6.1 Método directo

6.1.1 Esta técnica se emplea en muestras cuyo DBO en 5 días no exceda de 7 mg/l que por consiguiente no es necesario diluir

6.1.2 Llevar la muestra a  $20^\circ\text{C}$  aproximadamente y aerar durante 30 minutos por medios mecánicos o con un compresor con trampa adecuada para grasas, para aumentar el contenido de oxígeno disuelto hasta el punto de sobresaturación.

6.1.3 Neutralizar las muestras a un pH aproximado de 7.0 con ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0.1 N o hidróxido de sodio 0.1 N ( $\text{NaOH}$ ) llenar dos o más botellas para DBO, con la muestra, dejando que se derrame. Analizar una botella de oxígeno disuelto inmediatamente para determinar "Oxígeno disuelto inicial" y las otras botellas que se incuban por 5 días a  $20^\circ\text{C}$  manteniendo siempre un sello hidráulico.

6.1.4 Después de 5 días determinar la cantidad de oxígeno disuelto en las muestras incubadas.

#### 6.1.5 Expresión de resultados

La  $\text{LaDBO}_5$  se determina según la siguiente fórmula:

$$\text{DBO}_5, \text{ en mg / l} = \text{ODI} - \text{ODF}$$

En donde:

ODI = Oxígeno disuelto inicial, en mg / l.

ODF = Oxígeno disuelto en las muestras incubadas después de 5 días, en mg / l

#### 6.2 Método de dilución.

##### 6.2.1 Preparación del agua de dilución.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel <i>RAP</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RMA</i>	Junio 1999	3ª.	5 de 9
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>AAC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

6.2.1.1 Calcular la cantidad de agua de dilución dependiendo del número de muestras. Efectuar dos diluciones diferentes como mínimo para cada muestra.

6.2.1.2 En un garrafón previamente lavado con agua, agregar 1 ml. de cada una de las soluciones ( 5.2, 5.3, 5.4 y 5.5 ) por cada litro de agua.

6.2.1.3 Aerear hasta completa saturación.

Las diluciones recomendables de las muestras son:

Tabla 1

Tipo de desecho	DBO <sub>5</sub> ( estimada ) en mg/l.	% de dilución
Desecho industrial concentrado	500 - 5000	0.1 - 1.0
Aguas residuales domésticas	100 - 500	1.0 - 5.0
Efluentes tratados	20 - 100	5.0 - 25.0
Aguas de río contaminadas	5 - 20	25.0 - 100.0

6.2.2 Medir directamente en 3 botellas de 300 ml. tipo DBO volúmenes apropiados de la muestra por cada dilución, usando una pipeta volumétrica de punta alargada y llenar las botellas con el agua de dilución justamente para que el tapón pueda colocarse sin dejar burbujas de aire.

6.2.3 Para la determinación de la DBO<sub>t</sub> se efectúan los siguientes pasos:

6.2.3.1 Determinación del oxígeno disuelto inicial en una de las botellas de DBO.

6.2.3.2. Determinación de oxígeno disuelto a los 15 minutos.

En otra botella determinar el oxígeno disuelto a los 15 minutos de haber mezclado la muestra con el agua de dilución.

6.2.3.3. Determinación del oxígeno disuelto a los 5 días.

La última botella se mete a la incubadora a 20°C durante 5 días manteniendo el sello hidráulico en el término de ese tiempo y determinar la cantidad de oxígeno disuelto en la muestra.

6.2.3.4. La DBO<sub>5</sub> se calcula según la siguiente fórmula:

$$\text{DBO}_5 \text{ mg/l} = \frac{\text{OD}_{15} - \text{ODF}}{\% \text{ dilución}}$$

\* Expresados en decimales:

$$100 \% = 1.0$$

$$10 \% = 0.1$$



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porrás Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	6 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

## 6.3 Inoculación

6.3.1 El objeto del inóculo es introducir en la muestra una población biológica capaz de oxidar la materia orgánica que contenga.

Cuando tales microorganismos ya están presentes, como en las aguas residuales domésticas o efluentes no clorados y en aguas superficiales, no es necesario inocular las muestras.

Cuando haya razón para creer que la muestra contiene muy pocos microorganismos, como resultado de la cloración, temperatura elevada o PH extremo, el agua de dilución debe ser inocularada.

6.3.2 La selección del inóculo apropiado es un factor importante en la determinación de la DBO en muchos casos particularmente en desechos de procesadoras de alimentos, se puede obtener un inóculo satisfactorio usando el líquido sobrenadante de las aguas residuales domésticas, el cual ha sido incubado a 20°C en un recipiente destapado durante 24 - 36 horas.

Muchos desechos contienen compuestos orgánicos que no están sujetos a la oxidación por el inóculo de las aguas residuales domésticas, en estos casos se puede usar un inóculo preparado del suelo, aclimatado y desarrollado en el laboratorio, o el agua receptora colectada bajo del punto de descarga del desecho particular, ( de 3 a 5 Km. abajo ). Los dos últimos son los de mayores posibilidades. El agua receptora usada como fuente de inóculo indudablemente dará la mejor estimación del efecto de un desecho de agua. Debe ser colectada en un punto en donde se haya formado una biota capaz de usar como alimento los compuestos orgánicos particulares presentes.

En algunos casos éstos pueden asegurar la selección de un inóculo satisfactorio muchos kilómetros abajo del punto de descarga del desecho, lo cual no es práctico con desechos periódicos difícilmente susceptibles a la oxidación biológica, es más práctico formar un inóculo aclimatando el desecho o agua receptora con pequeños incrementos diarios del desecho particular junto con el agua residual doméstica, hasta que se desarrolle un inóculo satisfactorio.

6.3.3 Preparación del agua de dilución con inóculo.

Se prepara el agua de dilución con el inóculo más satisfactorio para el desecho particular en estudio. Solamente experiencias pasadas pueden determinar la cantidad efectiva del inóculo que se agrega por litro, sin embargo puede servir como ilustración usar 1 - 10 ml. de agua residual doméstica por litro de agua de dilución o 10 - 50 ml. de agua de río por litro de agua de dilución incubándose durante 36 horas.

El agua de dilución inocularada debe usarse el mismo día que se prepare.

6.3.4 Incubación con inóculo

Calcular el porcentaje de inóculo que se requiere para producir por lo menos una DBO ( 5 días ) de 0.5 mg/l. Calcular las diluciones del desecho particular del agua como se ilustran en la tabla 1. Se disminuye la concentración del desecho lo suficiente para tomar en cuenta la utilización del oxígeno por el inóculo. Medir la cantidad de desecho que se requiera, igual que en la tabla 1. Agregar a la muestra aproximadamente la mitad de la cantidad de agua de dilución que se requiere. Esto es necesario para asegurar que el desecho concentrado no es causa de toxicidad a los organismos del inóculo.



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	7 de 9
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

**7. Cálculos.**

$$\text{DBO}_5 \text{ mg/l} = \frac{\text{OD}_{15} - \text{ODF}}{\% \text{ de dilución}} \text{ ----- (A)}$$

Donde :

OD<sub>15</sub> y ODF están dados en mg/l

\*Expresados en decimales

**7.1 Corrección por demanda de inculo.**

El valor de la corrección por la demanda de inculo se obtiene determinando la DBO del mismo. Determinar el abatimiento de oxígeno del inculo estableciendo una serie separada de diluciones de éste y seleccionando aquella que consuma del 40 - 70 % de oxígeno al quinto día, uno de estos abatimientos se usa luego para calcular la corrección debida a la pequeña cantidad de inculo al agua de dilución.

$$\text{DBO inculo mg/l} = \frac{B1 - B2}{\% \text{ de dilución}} \text{ ----- (B)}$$

\* Referido al inculo.

Donde :

B1 = Oxígeno disuelto del agua de dilución inoculada antes de la incubación, en mg / l.

B2 = Oxígeno disuelto del agua de dilución inoculada después de la incubación, en mg/l.

La corrección por inculo de la demanda bioquímica de oxígeno al quinto día utilizando inculo queda expresada por:

$$\text{DBO}_5 \text{ mg/l} = A - B$$

Donde A = Incubación con inculo, y B = Corrección por demanda de inculo.

**7.2 Cálculo para DBO<sub>5</sub> con inculo.**

Fórmula de calculo:

$$\text{DBO}_5, \text{ mg/l} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) F}{P}$$

Donde :

D<sub>1</sub> = Oxígeno Disuelto de la muestra diluida, después de 15 minutos de su preparación, en mg/l.

D<sub>2</sub> = Oxígeno Disuelto de la muestra diluida, después de incubación, en mg/l.

P = Fracción decimal volumétrica de la muestra utilizada.

B<sub>1</sub> = Oxígeno Disuelto del agua de dilución inoculada antes de la incubación, en mg/l

B<sub>2</sub> = Oxígeno Disuelto del agua de dilución inoculada después de la preparación, en mg/l.

F = Proporción del inculo en la muestra diluida con respecto a la del control del inculo.

=  $\frac{\% \text{ del inculo en la muestra diluida}}{\% \text{ del inculo en el control del inculo}}$



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	8 de 9
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

Determinación del factor "F".

Ejemplo : Se utiliza 0.1 ml de inóculo por cada 1000 ml de agua de dilución.

Entonces :                   1000 ml agua de dilución – 0.1 ml de inóculo  
                                  300 ml agua de dilución – X

$$X = 0.03 \text{ ml de inóculo.}$$

Por lo tanto, el % de inóculo en el control del mismo es de 0.03 ml.

Para una muestra de 5 ml diluida en 300 ml de agua inocular, el % de inóculo en la muestra será:

0.03 ml de inóculo – 300 ml agua de dilución  
X – 295 ml agua de dilución  
X = 0.0295 ml de inóculo.

Por lo tanto, el % de inóculo en la muestra diluida es de 0.0295 ml.

Sustituyendo en F:

$$F = \frac{0.0295 \text{ ml de inóculo en la muestra diluida}}{0.03 \text{ ml en el control del inóculo}}$$
$$F = 0.98333333$$

## 8. Precauciones.

Utilizar equipo de seguridad de laboratorio, el cual consta de:

- 8.1 Bata de laboratorio.
- 8.2 Cubrebocas
- 8.3 Guantes de látex
- 8.4 Goggles
- 8.5 Mascarilla de seguridad.

**Comisión del Agua del Estado de México**

**Departamento de Laboratorio del Agua**

	Elaboró:	Téc. Ricardo A. Porras Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
	Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	9 de 9
	Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
	Título:	<i>Det. de la Demanda Bioquímica de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-12

**9. Bibliografía.**

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-28-1981 "Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno", Dirección General de Normas; Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1981.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Health Association. American Water Works Association. Water Pollution Control Federation, 18 th Edition. EUA (1992) p.p. 5-1 5-6.
- Métodos Estándar para el examen de aguas y aguas de desecho. Editado por American Health Association. American Water Works Association. Water Pollution Control Federation. Undécima Edición en español por editorial Interamericana, S.A. México (1963). p.p. 282 -289.

**10. Observaciones a la Técnica Analítica.**

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Q.I. Glenda Balderas Pitalúa	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	1 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fósforo Total</i>	Junio 2001	02	05-13

**Procedimiento para la Determinación de Fósforo Total.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.I. Glenda Balderas Pitalúa	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª.	Página:	2 de 7	
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-13	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Fósforo Total</i>							

### Contenido

1. Objetivo.
  2. Alcance.
  3. Referencias.
  4. Equipo y Materiales.
  5. Soluciones y Reactivos.
  6. Procedimiento.
  7. Cálculos.
  8. Precauciones.
  9. Bibliografía.
  10. Observaciones a la Técnica Analítica.
- 
-



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.I. Glenda Balderas Pitalúa	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	3 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fósforo Total</i>	Junio 2001	02	05-13

## Procedimiento para la Determinación de Fósforo Total

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece dos métodos espectrofotométricos para la determinación de fósforo total, (en forma de ortofosfatos) presentes en el agua.

### 2. Alcance.

Es aplicable a aguas residuales y naturales Cuando la concentración de ortofosfatos es de 1 a 20 mg/litros y/o el contenido de interferencias es alto, se recomienda usar el método del complejo amarillo de fosfovanadomolibdato; si la concentración es menor de 6 mg/dm<sup>3</sup> se recomienda emplear el azul de molibdeno, también conocido como método de cloruro estanoso.

### 3. Referencias.

Está técnica se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas en vigor:

NOM-AA-3 Aguas Residuales – Muestreo.

NOM-AA-14 Cuerpos Receptores – Muestreo.

NOM-Z-1 Sistema General de Unidades de medida – Sistema Internacional de Unidades.

### 4. Equipo y Materiales.

4.1.- Espectrofotómetro o colorímetro.

4.2. Material común de Laboratorio

4.2.1. Todo el material de vidrio empleado en esta determinación debe ser lavado con mezcla crónica, enjuagado dos veces con agua acidulada de HCl (1:1) caliente y enjuagado dos veces más con agua desionizada. Nunca usar detergentes.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Las sustancias que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se especifique otra cosa. Cuando se mencione el uso de agua, debe entenderse agua desionizada.

5.1 Ácido sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

5.2 Ácido Nítrico concentrado (HNO<sub>3</sub>).

5.3 Molibdato de Amonio Tetrahidratado (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub> Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> .4H<sub>2</sub>O).

5.4 Glicerol (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>).



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.I. Glenda Balderas Pitalúa	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	4 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fósforo Total</i>	Junio 2001	02	05-13

- 5.5 Cloruro Estanoso Dihidratado ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 5.6 Hidróxido de Sodio ( $\text{NaOH}$ ).
- 5.7 Cloruro Mercuríco ( $\text{HgCl}_2$ ).
- 5.8 Fosfato de Potasio Monobásico Anhidro ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ).
- 5.9 Sal Disódica de Fenolftaleína ( $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$ ).
- 5.10 Alcohol Etilico ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ).
- 5.11 Metanol ( $\text{CH}_4\text{O}$ ).
- 5.12 Benceno ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ).
- 5.13 Alcohol Isopropílico ( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ ).

#### Preparación de Soluciones.

Solución indicadora de fenolftaleína.- Disolver 5.0 gr. de sal de fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico al 95% y aforar a 1.0 lt. de agua. Si es necesario agregar Hidróxido de Sodio 0.02N gota a gota hasta que la solución alcance un ligero color rosado.

Solución de ácido fuerte.- Agregar lentamente 300 ml de ácido sulfúrico concentrado a 600 ml de agua. Dejar enfriar y agregar 4.0 ml de ácido nítrico 69.71% y diluir a 1 litro.

Solución de molibdato de amonio I.- Disolver 25 gr. de molibdato de amonio tetrahidratado en 175 ml de agua. Agregar con mucho cuidado 280 ml de ácido sulfúrico concentrado a 400 ml de agua y dejar enfriar. Añadir la solución de molibdato de amonio y aforar a 1 litro.

Solución de molibdato de amonio II.- Disolver 40.1 g de molibdato de amonio en aproximadamente 500 ml de agua. Lentamente añadir 369 ml de la solución de molibdato de amonio I, enfriar y diluir a 1 litro.

Solución de cloruro estanoso I.- Disolver 2.5 gr. de cloruro estanoso dihidratado en 100 ml de glicerol. Asegurándose que el reactivo no haya sufrido alteración o descomposición alguna; usando de preferencia uno nuevo o recientemente abierto.

Solución de cloruro estanoso II.- Mezclar 8 ml de la solución de cloruro estanoso I con 50 ml de glicerol. Este reactivo es estable durante 6 meses.

Solución de ácido sulfúrico (1:2).

Solución de hidróxido de sodio 6N.

Solución patrón de fosfatos. Pesar 219.5 mg de fosfato de potasio monobásico anhidro previamente secado en estufa a  $378^\circ\text{K}$  ( $105^\circ\text{C}$ ), durante dos horas.

Disolver en agua, transferir la solución a un matraz volumétrico y aforar a 1 litro. con agua.

De esta solución tomar 100 ml transferir a un matraz aforado de 1000 ml y aforar con agua. Esta solución contiene  $5.0 \mu\text{g}$  de P/ml.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.I. Glenda Balderas Pitalúa	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	5 de 7	
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-13	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Fósforo Total</i>							

Solución alcohólica de ácido sulfúrico.- Añadir cuidadosamente 20 ml de ácido sulfúrico concentrado, a 980 ml de metanol.

Solución de benceno-alcohol isopropílico.- Agregar 500 ml de alcohol isopropílico a 500 ml de benceno.

## 6. Procedimiento.

### 6.1. Digestión.

- 6.1.1. Efectuar al mismo tiempo e igual procedimiento, una prueba testigo con agua.
- 6.1.2. Tomar una alícuota de muestra de 100 ml o menos que contenga 200  $\mu\text{g}$  de P como máximo.
- 6.1.3. Transferir la alícuota de muestra seleccionada a un vaso de precipitados de 200 ml de forma alta y agregar 1 ml de ácido sulfúrico concentrado y 5 ml de ácido nítrico concentrado.
- 6.1.4. Calentar hasta eliminación de vapores nitrosos y dejar enfriar.
- 6.1.5. Adicionar 20 ml de agua aproximadamente y una gota de fenolftaleína. Neutralizar con hidróxido de sodio 6 N hasta ligero color rosa tenue.
- 6.1.6. Filtrar si es necesario y aforar a 100 ml con agua.

NOTA: En caso de que la muestra presente interferencias como color o turbiedad, es necesario llevar a cabo una extracción por medio de la cual se eliminan. (Ver interferencias, NOM-AA-29-1981)

### 6.2. Desarrollo de color.

- 6.2.1. Adicionar 4 ml de solución de molibdato de amonio I y agitar para homogeneizar.
- 6.2.2. Añadir 10 gotas de cloruro estanoso I, homogeneizar y dejar reposar.
- 6.2.3. Medir la absorbancia de la muestra después de 10 minutos y antes de 12, usando el testigo para ajustar el espectrofotómetro a cero de absorbancia (100% de transmitancia), empleando una longitud de onda de 690 nm.

### 6.3. Curva de calibración.

- 6.3.1. Tomar de la solución patrón de 5.0  $\mu\text{g}$  de P / 1 ml, de acuerdo a la siguiente tabla.

Ml de solución patrón	$\mu\text{g}$ P
5	25
10	50
15	75
20	100
25	125
30	150
35	175
40	200

- 6.3.2. Continuar con el procedimiento de la misma forma que para muestras a partir del inciso 6.1.3.
- 6.3.3. Elaborar la curva de calibración correspondiente graficando las lecturas de las absorbancias en el eje de las abscisas contra las concentraciones de P en  $\mu\text{g}$  en el eje de las ordenadas.

- 6.3.4. Extracción (en caso de interferencias).



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.I. Glenda Balderas Pitalúa	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	6 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fósforo Total</i>	Junio 2001	02	05-13

- 6.3.4.1 Una vez que se haya efectuado la digestión tomar una alícuota de 40 ml de muestra, o menor y llevarla a 40 ml con agua.
- 6.3.4.2 Transferir a un embudo de separación de 500 ml y agregar 50 ml de solución de benceno alcohol isopropílico.
- 6.3.4.3 Agregar 15 ml de la solución de molibdato de amonio II, agitar durante 15 segundos y dejar reposar durante 10 minutos.
- 6.3.4.4 Una vez separadas las capas acuosa y orgánica, drenar la capa acuosa.
- 6.3.4.5 Tomar 25 ml de la capa orgánica y transferir a un matraz aforado de 50 ml.
- 6.3.4.6 Agregar aproximadamente 15 ml de solución alcohólica-ácida y 10 gotas de solución de cloruro estano II.
- 6.3.4.7 Diluir hasta el aforo con solución alcohólica-ácida y dejar desarrollar el color azul.
- 6.3.4.8 Medir en el espectrofotómetro la absorbancia después de 15 minutos, pero antes de 30 minutos a una longitud de onda de 625 nm.
- 6.3.4.9 Leer en una curva de calibración hecha con las soluciones patrón, las cuales se han sometido a una extracción como se indica en 6.3.4.

## 7. Cálculos.

El contenido de fósforo presente en la muestra se calcula mediante la siguiente fórmula.

$$\text{mg P / L} = \frac{C}{V}$$

En donde:

C =  $\mu\text{g}$  de fósforo leído en la gráfica

V = Volumen de alícuota tomada en la determinación, en ml.

## 8. Precauciones.

Cuando se trate de agua residual, manéjese con más cuidado, además de usar guantes. Mascarilla y lentes de seguridad.

Comisión del Agua del Estado de México

Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Q.I. Glenda Balderas Pitalúa	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	7 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fósforo Total</i>	Junio 2001	02	05-13

9. Bibliografía.

- APHA, AWWA, WPCF, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 14 Edition, 1976.
- 1972 Anual Book of ASTM Standard part 23, Water, Atmospherid Analysis.
- N. Howell Furman, Standard Methods of Chemical Analysis, EPA Methods for Chemical Analysis of Water and Wasteswater, 1971.
- Publicación de la Secretaría de Recursos Hidráulicos – Análisis de Aguas y Aguas de Desecho.
- G. Charlot, Clorimetric Determination of Elements. Elsevier Publishing Company.

10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Q.I. Ricardo A. Porras Rangel <i>RAP</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª.	1 de 7
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Demanda Química de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-14

**Procedimiento para la Determinación de la  
Demanda Química de Oxígeno.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Q.I. Ricardo A. Porrás Rangel <i>R.P.P.</i>	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª.	Página:	2 de 7
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>[Signature]</i>	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-14
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>[Signature]</i>						
Título:	<i>Determinación de la Demanda Química de Oxígeno</i>						

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Q.I. Ricardo A. Porras Rangel <i>RAP</i>	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	3 de 7
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-14
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>						
Título:	<i>Determinación de la Demanda Química de Oxígeno</i>						

## Procedimiento para la Determinación de la Demanda Química de Oxígeno

### 1. Objetivo.

Establecer el método para la Determinación de la Demanda Química de Oxígeno en aguas naturales, industriales y residuales.

### 2. Alcance.

Se utiliza en el control y tratamiento de aguas naturales, industriales y residuales.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NMX-AA-30-1981, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Estufa eléctrica, capaz de mantener  $378 \text{ }^\circ\text{K} \pm 1 \text{ }^\circ\text{K}$  ( $105 \pm 1^\circ \text{C}$ ).
- 4.2 Desecador con gel de sílice.
- 4.3 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.
- 4.4 Aparato para reflujo tipo Friedrichs como el que se indica en la figura No. 1 y constituido por:
  - Un matraz Erlenmeyer de 500 ml con boca esmerilada 24/40.
  - Un condensador tipo Friedrichs entrada 24/40.
- 4.5 Parrilla de calentamiento capaz de mantener una temperatura que asegure una ebullición del contenido del matraz de reflujo.
- 4.6 Material común de laboratorio.
- 4.7 Equipo usual de laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Reactivos.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Q.I. Ricardo A. Porras Rangel <i>RAP</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª.	4 de 7
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Demanda Química de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-14

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser reactivos analíticos, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada.

5.1.1 Dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ).

5.1.2 Sulfato ferroso amónico hexahidratado  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ .

5.1.3 Ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ ).

5.1.4 Indicador de 1,10 fenantrolina ( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ).

5.1.5 Sulfato de plata ( $Ag_2SO_4$ ).

5.1.6 Sulfato ferroso heptahidratado ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ).

5.1.7 Sulfato mercurico ( $HgSO_4$ ).

5.2 Preparación de Soluciones.

5.2.1 Solución de dicromato de potasio, 0.25 N.- Disolver 12.2588 g de dicromato de potasio (previamente secado a  $378 K \pm 1^\circ K$  ( $105^\circ C \pm 1^\circ C$ ) durante dos horas), aforar con agua a 1000 ml en un matraz volumétrico y homogeneizar.

5.2.2 Solución dicromato de potasio 0.025 N.- Transferir con pipeta 100 ml de la solución anterior a un matraz volumétrico, aforar con agua a 1000 ml y homogeneizar.

5.2.3 Solución de sulfato ferroso amónico 0.25 N.- Disolver 98.0 g de sulfato ferroso amónico en aproximadamente 800 ml de agua, agregar cuidadosamente 20 ml de ácido sulfúrico concentrado, enfriar y homogeneizar, aforar a 1000 ml en un matraz volumétrico.

5.2.3.1 Normalización de la solución de sulfato ferroso amónico 0.25 N.- Tomar 10 ml de la solución de dicromato de potasio 0.25 N. Diluir con agua hasta 120 ml, agregar cuidadosamente 30 ml de ácido sulfúrico concentrado y homogeneizar, enfriar y titular con la solución de sulfato ferroso amónico 0.25 N utilizando 2 gotas de 1,10 fenantrolina como indicador hasta el cambio de color de azul verdoso o café rojizo.

5.2.4 Solución de sulfato ferroso amónico 0.025 N.- Determinar la masa con aproximación al 0.0001 g de 9.8 g de sulfato ferroso amónico y continuar como se indica en 5.2.3.

5.2.4.1. Normalización de la solución de sulfato ferroso amónico 0.025 N. Tomar 10 ml de la solución de dicromato de potasio 0.025 N y proceder como se indica en 5.2.3.1. y titular con sulfato ferroso amónico 0.025 N.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Q.I. Ricardo A. Porras Rangel	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	5 de 7
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Demanda Química de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-14

5.2.5. Solución de ácido sulfúrico-sulfato de plata.- Determinar la masa de 9.51 g de sulfato de plata y disolverlos en 1000 ml de ácido sulfúrico concentrado. El sulfato de plata requiere un tiempo aproximado de dos días para su completa disolución y mantenerlo en la obscuridad para evitar su descomposición.

5.2.6. Solución indicadora 1,10 fenantrolina (ferroin).-Disolver en agua 1.485 g de 1,10 fenantrolina y 0.695 g de sulfato ferroso heptahidratado, aforar a 100 ml y homogeneizar.

## 6. Procedimiento.

6.1 Para niveles mayores de 50 mg/l de demanda química de oxígeno.

6.1.1 Transferir al matraz Erlenmeyer de 500 ml, una muestra de 20 ml.

6.1.2 Agregar 0.4 g sulfato mercuríco, 0.306 g de sulfato de plata y algunas perlas de vidrio. Añadir 10 ml de la solución de dicromato de potasio 0.25 N y mezclar mediante un movimiento circular.

6.1.3 Conectar el matraz Erlenmeyer al condensador y hacer circular el agua de enfriamiento.

6.1.4 Por el extremo superior del condensador agregar lentamente 30 ml de ácido sulfúrico concentrado y agitar con movimiento circular para homogeneizar.

6.1.5 Calentar el matraz que contiene la mezcla y mantener a reflujo durante 2 horas a partir del momento en que empieza la ebullición. Dejar enfriar y lavar el condensador con 25 ml de agua.

6.1.6 Añadir agua por el extremo superior del condensador hasta completar un volumen aproximadamente de 150 ml, retirar el matraz del condensador y enfriar a temperatura ambiente.

6.1.7 Agregar 2 gotas de 1,10 fenantrolina como indicador y titular con la solución valorada de sulfato ferroso amónico 0.25 N hasta el cambio de color de azul verdoso a café rojizo.

6.1.8 Llevar simultáneamente un testigo preparado con 20 ml de agua y todos los reactivos utilizados en el procedimiento.

6.2 Para niveles menores de 50 mg/l de demanda química de oxígeno.

6.2.1 Se procede como se indica en los incisos 6.1.1 a 6.1.8, pero haciendo uso de las soluciones de dicromato de potasio y sulfato ferroso amónico 0.025 N.

El volumen de la muestra que se utilice para niveles inferiores de 50 mg debe ser tal, que la cantidad de dicromato de potasio reducido durante la digestión no exceda del 50% en caso contrario se debe repetir la determinación con un volumen menor de muestra.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Q.I. Ricardo A. Porras Rangel <i>ARP</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª.	6 de 7
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Demanda Química de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-14

Figura No. 1

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>				
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>				
	Elaboró:	Téc. Q.I. Ricardo A. Porrás Rangel <i>RAR</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
	Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RMA</i>	Junio 1999	3ª.	7 de 7
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>AAC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:	
Título:	<i>Determinación de la Demanda Química de Oxígeno</i>	Junio 2001	02	05-14	

## 7. Cálculos.

La demanda química de oxígeno expresada en mg/l., se calcula con la siguiente ecuación.

$$DQO = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 8}{V_3} \times 1000$$

En donde:

DQO = Demanda química de oxígeno, en mg/l.

$V_1$  = Volumen de la solución de sulfato ferroso amónico requerido para la titulación del testigo, en ml.

$V_2$  = Volumen de la solución de sulfato ferroso amónico requerido para la titulación de la muestra, en ml.

$V_3$  = Volumen de la muestra, en ml.

N = Normalidad de la solución de sulfato ferroso amónico, utilizada en la determinación.

8 = Equivalente del oxígeno.

## 8. Precauciones.

Utilizar equipo de seguridad de laboratorio el cual consta de:

- 8.1 Bata de laboratorio.
- 8.2 Guantes de látex.
- 8.3 Goggles.
- 8.4 Mascarilla de seguridad.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-30-1980, "Determinación de Oxígeno Disuelto", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, American Water Work Association, 17 edition, USA, 1989.
- Métodos Estándar para el Examen de Aguas y Aguas de Desecho, Editorial Interamericana, S.A., Undécima Edición, México D.F., 1963.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	1 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos</i>	Junio 2001	03	05-15

**Procedimiento para la Determinación de Sólidos.**

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	2 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos</i>	Junio 2001	03	05-15

**Contenido**

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencia.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivo.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	3 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos</i>	Junio 2001	03	05-15

## Procedimiento para la Determinación de Sólidos

### 1. Objetivo.

La presente técnica establece los métodos para la determinación del contenido de sólidos totales, sólidos totales volátiles, sólidos suspendidos totales, sólidos suspendidos volátiles, sólidos disueltos totales y sólidos disueltos volátiles.

### 2. Alcance.

Esta técnica es aplicable a aguas naturales y residuales. Los métodos se basan en la evaporación y calcinación de la muestra, en donde los residuos de una y otra operación sirven de base para el cálculo del contenido de sólidos.

### 3. Referencias.

La técnica se desarrolla como se indica en la Norma Oficial Mexicana NOM-AA-34-1981 "Análisis de Agua. Determinación de Sólidos", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Balanza analítica, con sensibilidad de 0.0001 g.
- 4.2 Cápsula de porcelana, de 100 ml de capacidad.
- 4.3 Mufla eléctrica capaz de mantener una temperatura de  $823 \text{ }^{\circ}\text{K} \pm 25 \text{ }^{\circ}\text{K}$  ( $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ ).
- 4.4 Estufa con control de temperatura capaz de mantener de  $376 \text{ }^{\circ}\text{K}$  a  $378 \text{ }^{\circ}\text{K}$  ( $103^{\circ}\text{C}$  a  $105^{\circ}\text{C}$ ).
- 4.5 Equipo para evaporación previa (ya sea placa de calentamiento, o cualquier otro medio de calentamiento adecuado).
- 4.6 Desecador con deshidratante adecuado.
- 4.7 Discos filtro de fibra de vidrio.
- 4.8 Crisoles de Gooch adecuados al tamaño de la muestra.
- 4.9 Bomba de vacío o eyector.
- 4.10 Matraz Kitasato con accesorios.

### 5. Soluciones y Reactivos.

No aplica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	4 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos</i>	Junio 2001	03	05-15

## 6. Procedimiento.

6.1 Para sólidos totales y sólidos totales volátiles.

6.1.1 En función de la cantidad de sólidos probables, tomar una cantidad de muestra que contenga como mínimo 25 mg de sólidos totales, generalmente 50 ml de muestra es un volumen adecuado.

6.1.2 Transferir la muestra a la cápsula que previamente ha sido puesta a masa constante a 823 °K (550°C) (G).

6.1.3 Secar la muestra en la estufa a 376 °K - 378 °K (103 - 105°C) hasta peso constante.

NOTA: Con el objeto de abatir el tiempo de la prueba, se recomienda una preevaporación, reduciendo a la muestra a un volumen mínimo tal, que se eviten proyecciones o pérdidas de la misma. Para tal fin utilizar el equipo mencionado anteriormente. La muestra una vez preevaporada se introduce en la estufa y se lleva a sequedad hasta peso constante.

6.1.4 Enfriar en desecador hasta temperatura ambiente y determinar su masa ( $G_1$ ).

6.2 Para conocer el contenido de sólidos totales volátiles, se procede de la manera siguiente:

La cápsula conteniendo el residuo se introduce a la mufla a 823 °K (550°C) durante 15 a 20 minutos. Sacar la cápsula, enfriar en desecador y determinar su masa ( $G_2$ ).

6.3 Para sólidos suspendidos totales y sólidos suspendidos volátiles.

6.3.1 Preparación del medio filtrante.

6.3.1.1 Colocar un disco de fibra de vidrio en el crisol Gooch con la superficie rugosa hacia arriba, teniendo cuidado de que el disco cubra completamente las perforaciones del Gooch.

6.3.1.2 Colocar el crisol y el disco en un aparato de filtración, aplicando vacío. Lavar el disco con agua, dejando que el agua se drene totalmente, suspender el vacío y llevar el crisol a la estufa a 105°C 30 minutos posteriormente llevar el crisol a masa constante en la mufla a una temperatura de 823 °K  $\pm$  25 °K (550°C  $\pm$  25°C) durante 15 a 20 minutos. Sacar el crisol, dejar enfriar y determinar su masa ( $G_3$ ).

6.3.2 Preparación de la muestra.

6.3.2.1 Colocar el crisol con el disco en el aparato de filtración y aplicar vacío.

6.3.2.2 Humedecer el disco con agua.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	5 de 7
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-15
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Determinación de Sólidos</i>						

- 6.3.2.3 Medir con una probeta o pipeta graduada según proceda, un volumen adecuado de la cantidad seleccionada de muestra previamente homogeneizada, la cual depende de la concentración esperada de sólidos suspendidos.
- 6.3.2.4 Filtrar la muestra a través del disco y aún aplicando vacío, lavar el disco tres veces con 10 ml de agua, dejando que el agua drene totalmente en cada lavado.
- 6.3.2.5 Suspender el vacío y secar el crisol en la estufa a una temperatura de 376 °K a 378 °K (103 A 105°C) durante una hora. Sacar el crisol, dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su masa (G<sub>4</sub>).
- 6.4 Para conocer el contenido de sólidos suspendidos volátiles, se procede de la manera siguiente:
- 6.4.1 El crisol conteniendo el residuo y el disco se introducen a la mufla a una temperatura de 823 °K ± 25 °K (550 ± 25° C) durante 15 a 20 minutos.
- 6.4.2 Sacar el crisol, dejar enfriar en desecador y determinar su masa (G<sub>5</sub>).
- 6.5 Para sólidos disueltos totales y sólidos disueltos volátiles.

Determinar los sólidos disueltos totales de acuerdo a lo indicado en la Norma Oficial Mexicana "Sólidos disueltos totales" NOM-AA-20 en vigor, o bien, por diferencia entre los sólidos totales menos sólidos suspendidos totales.

## 7. Cálculos.

7.1-El contenido de sólidos totales se calcula con la siguiente fórmula:

$$ST = \frac{G_1 - G}{V} \times 1000 \times 1000$$

En donde:

ST = Sólidos totales, en mg/l.

G<sub>1</sub> = Masa de la cápsula con el residuo, después del secado en g.

G = Masa de la cápsula vacía, en g.

V = Volumen de muestra, en ml.

7.2 El contenido de sólidos totales volátiles, se calcula con la siguiente expresión:

$$STV = \frac{G_1 - G_2}{V} \times 1000 \times 1000$$

**Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª.	6 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<b>Determinación de Sólidos</b>	Junio 2001	03	05-15

En donde:

STV = Sólidos totales volátiles, en mg/l.

G<sub>2</sub> = Masa de la cápsula con el residuo, después de la calcinación en g.

V = Volumen de muestra, en ml.

G<sub>1</sub> = Masa de la cápsula con el residuo después del secado en g.

7.3 El contenido de sólidos suspendidos totales, se calcula con la siguiente fórmula:

7.4

$$SST = \frac{G_4 - G_3}{V} \times 1000 \times 1000$$

En donde:

SST = Sólidos suspendidos totales, en mg/l.

G<sub>4</sub> = Masa del crisol con el residuo, seco en g.

G<sub>3</sub> = Masa del crisol con el disco, en g.

V = Volumen de muestra, en ml.

7.5 El contenido de sólidos suspendidos volátiles, se calcula con la siguiente expresión:

$$SSV = \frac{G_4 - G_5}{V} \times 1000 \times 1000$$

En donde:

SSV = Sólidos suspendidos volátiles, en mg/l

G<sub>5</sub> = Masa del crisol con el residuo, después de la calcinación, en mg

V = Volumen de muestra, en ml.

G<sub>4</sub> = Masa del crisol con el residuo después de secado en g.

7.6 El contenido de sólidos disueltos totales, se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$SDT = ST - SST$$

En donde:

SDT = Sólidos disueltos totales, en mg/l.

ST = Sólidos totales, en mg/l.

SST = Sólidos suspendidos totales, en mg/l.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	7 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Sólidos</i>	Junio 2001	03	05-15

7.7 Para la determinación de sólidos disueltos volátiles, se emplea la siguiente expresión:

$$SDV = STV - SSV$$

En donde:

SDV = Sólidos disueltos volátiles, en mg/l.

STV = Sólidos totales volátiles, en mg/l.

SSV = Sólidos suspendidos volátiles, en mg/l.

## 8. Precauciones.

- 8.1 Se ha observado en la práctica que el tiempo de permanencia en la estufa a 376 °K - 378 °K (103°C - 105 °C) durante una hora, es suficiente para obtener peso constante en el secado y de 15 a 20 minutos en la mufla para el calcinado.
- 8.2 Utilizar guantes de hule durante la manipulación de las muestras, así como de las cápsulas y crisoles de porcelana.
- 8.3 Al introducir y retirar las cápsulas de porcelana y los crisoles Gooch, tanto de la estufa como de la mufla, efectuarlo con ayuda de pinzas largas.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-34-1981, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TA</i>	Junio 1999	2ª	1 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total</i>	Junio 2001	01	05-16

**Procedimiento para la Determinación de Acidez Total y  
Alcalinidad Total.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	2ª	2 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AAC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total</i>	Junio 2001	01	05-16

## Contenido

1. Objetivo.
  2. Alcance.
  3. Referencias.
  4. Equipo y Materiales.
  5. Soluciones y Reactivos.
  6. Procedimiento.
  7. Cálculos.
  8. Precauciones.
  9. Bibliografía.
  10. Observaciones a la Técnica Analítica.
- 
-



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>lsc</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	2ª.	3 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total</i>	Junio 2001	01	05-16

## Procedimiento para la Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total

### 1. Objetivo.

La presente norma establece los métodos potenciométrico y volumétrico para la determinación de la acidez total y alcalinidad en agua.

### 2. Alcance.

La acidez o alcalinidad presente en el agua, se mide de acuerdo al potencial de hidrógeno que contenga. Esta norma es aplicable a aguas naturales, residuales y superficiales, que tengan una concentración de 0-500 (mg/l) de acidez o alcalinidad expresada como carbonato de calcio. Para mayores concentraciones, deben emplearse soluciones valoradas de mayor concentración.

La aplicación cualquiera de estos dos métodos depende del color y turbiedad de la muestra.

### 3. Referencia.

Esta técnica se complementa con las Normas Mexicanas NMX-AA-3 y NMX-AA-14, en vigor.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Potenciómetro.
- 4.2 Agitador con barra magnética.
- 4.3 Material común de laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

5.1 Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua se debe entender agua destilada, recientemente hervida, con objeto de eliminar el CO<sub>2</sub>.

- 5.1.1 Hidróxido de sodio (NaOH).
- 5.1.2 Fenolftaleína (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>).
- 5.1.3 Anaranjado de metilo (C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>SNa).
- 5.1.4 Biftalato de potasio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>).
- 5.1.5 Acido clorhídrico (HCl).
- 5.1.6 Carbonato de sodio (NaCO<sub>3</sub>).
- 5.1.7 Carbonato de calcio CaCO<sub>3</sub>.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	L.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	2ª.	4 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total</i>	Junio 2001	01	05-16

- 5.1.8 Acido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ).
- 5.1.9 Tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3$ ).
- 5.2 Soluciones.
- 5.2.1 Solución de hidróxido de sodio ( $NaOH$ )<sub>3</sub> IN.- Disolver 40 g de hidróxido de sodio en agua y aforar a un l.
- 5.2.2 Solución alcohólica de fenolftaleína.- Disolver 0.5 g de fenolftaleína en 100 ml de alcohol etílico de 95%.
- 5.2.3 Solución de anaranjado de metilo.- Disolver 50 mg de anaranjado de metilo en 100 ml de agua.
- 5.2.4 Solución de hidróxido de sodio 0.02 N.- Disolver 20 ml de hidróxido de sodio IN en agua y aforar a un litro
- 5.2.5 Solución de biftalato de potasio ( $KHC_8H_4O_4$ ) 0.02 N.- Pesar 4.085 g de biftalato ácido de potasio previamente secado a 393°K (120°C) durante dos horas, disolver en agua y aforar a un litro, con esta solución se valora el hidróxido de sodio 0.02 N.  
Tomar 10 ml de solución de biftalato de potasio, agregar 3 gotas de fenolftaleína y titular con la solución de hidróxido de sodio.  
NOTA.- Cuando la solución valorada de hidróxido de sodio es exactamente 0.02 N, 1.00 ml contiene a 1.000 mg de carbonato de calcio.
- 5.2.6 Solución valorada de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico 0.1 N.- Diluir 8.3 ml de ácido clorhídrico concentrado (d = 1.185) ó 2.8. ml de ácido sulfúrico concentrado (d = 1.84) y aforar a un litro con agua.
- 5.2.7 Solución valorada de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico 0.02 N.- Diluir 200 ml de solución de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico 0.1 N a un litro con agua.
- 5.2.8 Solución de carbonato de sodio ( $Na_2CO_3$ ) 0.02 N.- Secar en estufa carbonato de sodio anhidro a 413°K (140°C), dejar enfriar en desecador. Pesar 1.060 g y aforar a un litro con agua.  
Tomar 10 ml de la solución de carbonato de sodio 0.02 N, agregar los mismos indicadores que se agregan cuando se trata la muestra y titular con la solución ácida.  
NOTA: Cuando la solución ácida es exactamente 0.02 N de carbonato de calcio, 1.00 ml contiene 1.00 mg
- 5.2.9 Solución de tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) 0.1 N.- Disolver 25 g de tiosulfato de sodio pentahidratado en agua y aforar a un litro. Agregar 5 ml de cloroformo como conservador.

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Acidez (método volumétrico)

#### 6.1.1 Con fenolftaleína.

- Transferir 100 ml de muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- Agregar 2 gotas de indicador de anaranjado de metilo y titular con la solución valorada de hidróxido de sodio 0.02 N hasta el vire de amarillo a color canela, el cual indica un pH = 4.5.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	5 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total</i>	Junio 2001	01	05-16

6.1.2 Método potenciométrico. Transferir 100 ml de muestra a un vaso de precipitado. Sumergir los electrodos y la barra magnética en la muestra. Iniciar la agitación y titular con hidróxido de sodio 0.02 N. titular a pH de 4.5 y anotar el volumen empleado en la titulación, continuar titulado hasta alcanzar un pH de 8.3. Tomar lectura para ambos puntos finales y calcular por separado la acidez, tomando en cuenta un pH = 4.5 o 4.3 dependiendo del tipo de muestra y pH = 8.3.

6.2 Alcalinidad (Método volumétrico).

6.2.1 Con fenolftaleína.

- Transferir 100 ml de muestra a un matraz volumétrico de 250 ml.
- Agregar 3 gotas del indicador de fenolftaleína. Titular con la solución valorada del ácido sulfúrico 0.02 N hasta un vire de rosa tenue a incoloro el cual indica un pH de 8.3.

6.2.2 Método potenciométrico.

- Transferir 100 ml de muestra a un vaso de precipitados. Sumergir los electrodos y la barra magnética en la muestra. Iniciar la agitación y titular con una solución valorada de ácido sulfúrico 0.02 N, tomar lectura hasta obtener un pH de 4.5.

NOTA.- Para concentraciones de alcalinidad menores de 10 mg/l se sigue el mismo procedimiento que se indica en 9.2.3. Una vez que se ha obtenido el pH de 4.5, continuar titulado hasta obtener un pH de 4.2. y anotar ambas lecturas. Debido a que las cantidades de solución tituladora son muy pequeñas, se debe usar una microbureta.

## 7. Cálculos.

7.1 Acidez.

La acidez expresada en mg/l de carbonato de calcio, se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\text{Acidez como CaCO}_3, \text{ en mg/l} = \frac{V_1 \times N \times 50 \times 1000}{V}$$

En donde:

V = Volumen de la muestra tomada, en ml.

V<sub>1</sub> = Volumen de hidróxido de sodio gastado en la titulación, en ml.

N = normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

50 = Peso equivalente del CaCO<sub>3</sub>.



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	2ª	Página:	6 de 7	
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	01	No. de Doc.:	05-16	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<b>Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total</b>							

7.2 Alcalinidad.

7.3

La alcalinidad expresada en mg/l de carbonato de calcio, se calcula mediante la siguiente expresión.

$$\text{Alcalinidad como CaCO}_3 \text{ en mg/l} = \frac{V_2 \times N}{V} \times 50 \times 1000$$

En donde:

$V_2$  = Volumen total gastado en la titulación con la solución ácida, para un pH=8.3

Usando anaranjado de metilo como indicador se emplea la siguiente fórmula:

$$\text{Alcalinidad total como CaCO}_3 \text{ en mg/l} = \frac{V_3 \times N}{V} \times 50 \times 1000$$

En donde:

$V_3$  = Volumen total gastado en la titulación, ( del pH inicial de la muestra hasta el pH de 4.5 )

Usando potenciómetro, ( para concentraciones menores de 10 mg/l ).

$$\text{Alcalinidad total como CaCO}_3 \text{ en mg/l} = \frac{(2V_4 - V_5) \times 50 \times 1000}{V}$$

En donde:

$V_4$  = Volumen gastado en la titulación hasta un pH de 4.5

$V_5$  = Volumen gastado en la titulación hasta el punto final de pH = 4.2

Interpretación de resultados.

NOTA : Existen tres principales formas de alcalinidad, carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos y algunos ácidos débiles como silicio, fosfórico y bórico. Aunque se observa que en algunos casos existe incompatibilidad entre los hidróxidos y bicarbonatos en una misma muestra. Cuando los resultados se obtienen estequiométricamente, la concentración de los iones no es representada en los resultados. De acuerdo a la siguiente tabla se tiene que:

**Tabla**

Resultados de la titulación	Hidróxidos alcalinos como CaCO <sub>3</sub>	Carbonatos alcalinos como CaCO <sub>3</sub>	Bicarbonatos alcalinos como CaCO <sub>3</sub>
F = 0	0	0	T
F = ½ T	0	2 F	T - 2 F
F = ½ T	0	2 F	0
F = ½ T	2 F - T	2 ( T - F )	0
F = T	T	0	0

En donde:

F = Alcalinidad con fenolftaleína

T = Alcalinidad total



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	2ª.	7 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AAC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total</i>	Junio 2001	01	05-16

- 1) Los carbonatos alcalinos se presentan cuando la alcalinidad con fenolftaleína no es cero, pero si es menor que la alcalinidad total.
- 2) Los hidróxidos alcalinos se presentan si la alcalinidad con fenolftaleína es mayor que la mitad de la alcalinidad total.
- 3) Los bicarbonatos alcalinos se presentan si la alcalinidad con fenolftaleína es menor que la mitad de la alcalinidad total.

Si el valor de pH en el agua fue determinado por medios electrométricos, y se calcularon los hidróxidos como mg/l de  $\text{CaCO}_3$ , los mg/l de carbonatos y bicarbonatos pueden calcularse como  $\text{CaCO}_3$  de los mg/l de hidróxidos. La alcalinidad con fenolftaleína y la alcalinidad total se da con las siguientes ecuaciones:

$$\text{CO}_3^{2-} = 2F - 2(\text{OH})^-$$
$$\text{HCO}_3^- = T - 2F + \text{OH}^-$$

**Precisión.**  
Para la presente técnica se ha estimado una precisión de  $\pm 1$  mg/l y una exactitud de  $\pm 3$  mg/l expresado como  $\text{CaCO}_3$ .

## 8. Precauciones.

- 8.1 Cuando se trata de aguas de desecho, algunas sales minerales ocasionan interferencias, específicamente los sulfatos de hierro y/o aluminio. En algunos casos (sobre todo en aguas muy contaminadas), se recomienda utilizar cloruro de bario para precipitar los sulfatos, antes de la titulación al anaranjado de metilo. Para el control de plantas de tratamiento de agua de fuentes contaminadas con ácidos minerales y sales ácidas originadas en los drenajes y desechos industriales, se recomienda hacer la determinación a la temperatura de ebullición con lo que se ayuda a la hidrólisis de sales como el sulfato de hierro y aluminio. Estas titulaciones se hacen empleando los mismos indicadores.
- 8.2 Sólo se podrá usar este método cuando las muestras sean incoloras, de no serlo, se recomienda emplear el método potenciométrico. En ningún caso se deben emplear decolorantes.
- 8.3 Agregar 0.05 ml de tiosulfato de sodio 0.1 N a la muestra para eliminar cualquier presencia de cloro residual, el cual imparte cambio de color al indicador.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana - NMX - AA - 36, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.

## 10 Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	1 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Turbiedad</i>	Junio 2001	03	05-17

**Procedimiento para la Determinación de Turbiedad.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4ª	Página:	2 de 5	
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-17	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Turbiedad</i>							

### Contenido

1. Objetivo.
  2. Alcance.
  3. Referencias.
  4. Equipo y Materiales.
  5. Soluciones y Reactivos.
  6. Procedimiento.
  7. Cálculos.
  8. Precauciones.
  9. Bibliografía.
  10. Observaciones a la Técnica Analítica.
- 
-



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	3 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Turbiedad</i>	Junio 2001	03	05-17

**Procedimiento para la Determinación de Turbiedad**

**1. Objetivo.**

Esta norma establece el procedimiento a seguir para la determinación de la turbiedad por el método turbidimétrico de la bujía patrón.

**2. Alcance.**

Este método, es aplicable para aguas de origen natural y residual, se basa en la propiedad de las suspensiones de partículas finas que se encuentran en el agua, de afectar a la transmisión de la luz que pasa a través de ellas. La prueba analítica de turbiedad es una medida de obstrucción óptica de la luz que pasa a través de una muestra de agua y se debe a la presencia de materia orgánica e inorgánica.

**3. Referencias.**

La técnica se desarrolla como se indica en la Norma Oficial Mexicana NOM-AA-38-1981 "Análisis de Aguas - Determinación de Turbiedad", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

**4. Equipos y Materiales.**

- 4.1. Bujía patrón fabricada de esperma de ballena o cera de abeja teniendo las siguientes características.
  - 4.1.1. Longitud de la mecha 1.0 cm.
  - 4.1.2. Altura de la separación del inicio de la flama a la base de la probeta: 7.6 cm.
- 4.2 Turbidímetro de bujía Jackson constituido por:
  - 4.2.1. Probetas de vidrio graduadas en escala Jackson de 1 a 25 cm ( de 5000 a 100 UTJ ) y de 1 a 75 cm de altura ( de 5000 a 25 UTJ ).
  - 4.2.2. Soporte fijo.
  - 4.2.3. Soporte de bujía, consiste en un cilindro metálico con un resorte en la parte inferior para mantener la bujía a la altura que se especifica en 4.1.2.

**5. Soluciones y Reactivos.**

No aplica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	4 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Turbiedad</i>	Junio 2001	03	05-17

## 6. Procedimiento.

- 6.1 Ajustar la bujía teniendo el cuidado de remover la porción de mecha carbonizada según 4.1.1
- 6.2 La muestra por analizarse debe ser homogénea a una temperatura de 18°C a 20 °C en el momento de efectuarse la medición.
- 6.3 Verter dentro de la probeta una mínima cantidad de muestra y encender la bujía, esto es con el fin de evitar el estrellamiento de la probeta, agregar lentamente la muestra hasta que la imagen de la flama de la bujía desaparezca.
- 6.4 La observación de la flama debe efectuarse en un cuarto oscuro o en su defecto usar un lienzo negro que cubra totalmente al observador y al aparato.
- 6.5 Retirar la probeta y hacer la lectura.

## 7. Cálculos.

No aplicable. El resultado se lee directamente en la escala correspondiente de la probeta graduada.

Altura del tubo en cm.	Turbiedad en UTJ	Altura del tubo en cm	Turbiedad en UTJ.
2.3	1000	11.4	190
2.6	900	12.0	180
2.9	800	12.7	170
3.2	700	13.5	160
3.5	650	14.4	150
3.8	600	15.4	140
4.1	550	16.6	130
4.5	500	18.0	120
4.9	450	19.6	110
5.5	400	21.5	100
5.6	390	22.6	95
5.8	380	23.8	90
5.9	370	25.1	85
6.1	360	26.5	80
6.3	350	28.1	75
6.4	340	29.8	70
6.6	330	31.8	65
6.8	320	34.1	60
7.0	310	36.7	55
7.3	300	39.8	50
7.5	290	43.5	45
7.8	280	48.1	40
8.1	270	54.0	35
8.4	260	61.8	30
8.7	250	72.9	25
9.1	240		
9.5	230		
9.9	220		
10.3	210		
10.8	200		

UTJ = Unidades de Turbiedad Jackson.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	C. María de Jesús Camarillo Robles	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	5 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Turbiedad</i>	Junio 2001	03	05-17

## 8. Precauciones.

El valor mínimo detectable es de 25 unidades de turbiedad Jackson.

Cuando el agua tiene una turbiedad mayor de 1000 UTJ, diluir la muestra con uno o más volúmenes de agua libre de turbiedad hasta que la turbiedad se reduzca a menos de 1000 UTJ.

Calcular la turbiedad de la muestra original utilizando la turbiedad de la muestra diluida y el factor de dilución. Ejemplo: si se añaden 5 volúmenes de agua libre de turbiedad a un volumen de muestra y la muestra diluida presenta una turbiedad de 500 UTJ, la turbiedad de la muestra original es de 3000 UTJ.

Se obtienen resultados falsos por cristalería sucia, presencia de burbujas y por los efectos de vibraciones que puedan alterar la visibilidad en la superficie de la muestra.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana.- NOM - AA - 38, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1981.
- Manual de Química Aplicada, Juárez y Rochin Lemus, 2ª. Edición, 1966.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, AWWA, A.P.H.A, EPA, 14 th edition, USA,1979.
- ASTM D 1129-77 Part. 31.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª	1 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Sustancias Activas al Azul de Metileno</i>	Junio 2001	03	05-18

**Procedimiento para la Determinación de Sustancias Activas al Azul de Metileno (Detergentes).**

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª	2 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Sustancias Activas al Azul de Metileno</i>	Junio 2001	03	05-18

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencia.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. -Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª.	3 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Sustancias Activas al Azul de Metileno</i>	Junio 2001	03	05-18

## Procedimiento para la Determinación de Sustancias Activas al Azul de Metileno (Detergentes)

### 1. Objetivo.

La presente técnica establece el método colorimétrico, para la determinación de Sustancias Activas al Azul de Metileno (Detergentes).

### 2. Alcance.

Esta técnica solamente es aplicable en aguas residuales y naturales. No es aplicable en aguas salobres y demás.

Por éste método se determinan todos los agentes hidrófilos aniónicos que modifican (disminuyendo generalmente), la tensión superficial del agua o de soluciones acuosas, como es el caso de los sulfonatos de alquil benceno, de alquil tolueno y sus mezclas, que constituyen la porción activa de la mayoría de los detergentes comerciales.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NMX-AA-39, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.

### 4. Equipo y Materiales.

Equipo:

- 4.1- Espectrofotómetro para usarse a una longitud de onda de 640 a 700 nm., provisto de un paso de luz de 1 cm.
- 4.2 Balanza analítica con sensibilidad al 0.0001 g.
- 4.3 Embudo de separación de 500 ml, preferentemente con llave de teflón.
- 4.4 Cronómetro.

Materiales :

- 4.5 Fibra de vidrio.
- 4.6 Material común de laboratorio.

Nota : Todo el material de vidrio empleado en esta determinación debe lavarse con mezcla crómica, enjuagarse dos veces con solución caliente de HCl (1 :1) y enjuagarse 2 ó 3 veces más con agua. Nunca usar detergentes.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª.	4 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Sustancias Activas al Azul de Metileno</i>	Junio 2001	03	05-18

**5. Soluciones y Reactivos.**

5.1. Reactivos.- Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua se debe entender agua destilada.

- 5.1.1. Sulfonato de alquil benceno. (C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>3</sub>SNaR).
- 5.1.2. Fenolftaleína (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>).
- 5.1.3. Hidróxido de sodio (NaOH).
- 5.1.4. Alcohol etílico (CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>-OH) o isopropílico (CH<sub>3</sub>-CH(OH)-CH<sub>3</sub>).



- 5.1.5. Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).
- 5.1.6. Cloroformo (CHCl<sub>3</sub>) grado espectrofotométrico.
- 5.1.7. Azul de metileno.
- 5.1.8. Fosfato monosódico monohidratado (NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>H<sub>2</sub>O).

5.2. Preparación de soluciones.

- 5.2.1. Solución madre de sulfonato de alquil benceno de sodio (ABS). Pesar exactamente 1.0000 g. de ABS en base al 100% activo, disolver en agua y aforar a un litro con agua. Un ml de esta solución contiene 1 mg de ABS. Es necesario prepararla cada semana y refrigerarla.
- 5.2.2. Solución patrón de ABS.- Tomar 10 ml de la solución madre de ABS y aforar a un litro con agua. Un ml de esta solución contiene 0.010 mg (10 µg) de ABS. Esta solución se debe preparar diariamente.
- 5.2.3. Solución alcohólica de fenolftaleína.- Disolver 500 mg de fenolftaleína en polvo en 100 ml de alcohol etílico o isopropílico al 50%. Neutralizar la solución con hidróxido de sodio aproximadamente 0.02 N, agregando gota a gota hasta la aparición de un ligero color rosado.
- 5.2.4. Solución de hidróxido de sodio 1 N.- Disolver 40 g. de NaOH en agua y aforar a un litro.
- 5.2.5. Solución de ácido sulfúrico 1 N.- Diluir cuidadosamente 28 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado (d = 1.84) en agua. Dejar enfriar y aforar a un litro.
- 5.2.6. Reactivo de azul de metileno.- Disolver 100 mg de azul de metileno, en 100 ml de agua. De esta solución se transfieren 30 ml a un matraz volumétrico de 1000 ml y agregar 500 ml de agua, 6.8 ml de ácido sulfúrico concentrado y 50 gr de fosfato monosódico monohidratado. Agitar hasta su completa disolución y aforar a un litro.
- 5.2.7. Solución de lavado.- En un matraz volumétrico de 1000 ml. que contenga 500 ml de agua, agregar 6.8 ml de ácido sulfúrico concentrado y 50 gr de fosfato monosódico monohidratado. Agitar hasta su completa disolución y aforar.

**6. Procedimiento.**

- 6.1. Determinación.
  - 6.1.1 El volumen de la muestra de agua para ser analizada, se toma de acuerdo con la concentración probable de ABS, según se indica en la tabla 1 Asimismo, efectuar una prueba testigo con agua.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4ª	Página:	5 de 6	
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-18	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Det. de Sustancias Activas al Azul de Metileno</i>							

Tabla 1

Concentración esperada de ABS en mg/l	Muestra a tomar en ml
0.025 - 0.080	400
0.080 - 0.40	250
0.40 - 2.0	100
2.0 - 10.0	20
10.0 - 100	2

Si el volumen es menor de 100 ml se debe diluir con agua a este volumen.

- 6.1.2 Transferir la muestra a un embudo de separación y alcalinizar la solución con hidróxido de sodio 1N usando solución indicadora de fenolftaleína.
  - 6.1.3 Neutralizar la muestra con solución de ácido sulfúrico 1N.
  - 6.1.4 Agregar 10 ml de cloroformo y 25 ml de azul de metileno. Agitar vigorosamente durante 30 segundos y dejar en reposo hasta la separación de las fases.
  - 6.1.5 Pasar la fase orgánica a un segundo embudo y lavar el tubo de descarga del primero con un poco de cloroformo. Repetir la extracción por 3 veces, usando 10 ml de cloroformo en cada ocasión.
  - 6.1.6 Combinar todos los extractos en el segundo embudo de separación, agregar 50 ml de solución de lavado y agitar vigorosamente durante 30 segundos. Dejar reposar y filtrar la capa de cloroformo a través de fibra de vidrio, a un matraz aforado de 100 ml, repetir el lavado por dos veces empleando 10 ml de solución de lavado en cada ocasión. Lavar la fibra de vidrio y el embudo con cloroformo, recoger los lavados en el matraz aforado, aforar con cloroformo y mezclar perfectamente.
  - 6.1.7 Determinar la absorbancia de la solución a 652 nm, contra un testigo.
- 6.2. Curva de calibración.
- 6.2.1 Preparar una serie de embudos de separación con 0.00 ( testigo ) 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0, 11.0, 13.0, 15.0 y 20.0 ml de la solución patrón de ABS. Agregar agua hasta el volumen de 100 ml en cada embudo de separación. Seguir los pasos que se describen en los incisos 6.1.3. a 6.1.7. y trazar una curva de calibración de miligramos de ABS contra absorbancia.
  - 6.2.2 En esta determinación interfieren todos los compuestos solubles en cloroformo, capaces de formar una unión con el átomo de nitrógeno del azul de metileno, tales como sulfonatos, sulfatos orgánicos, carboxilatos, fosfatos y fenoles ( sustancias activas al azul de metileno ). Estas interferencias producen comúnmente resultados altos. La mayoría de las interferencias se eliminan en los lavados con la solución ácida, la cual los hidroliza retornándolos a la fase acuosa.
  - 6.2.3 Si no se dispone de cloroformo grado espectrofotométrico se puede utilizar cloroformo grado reactivo.
  - 6.2.4 Se recomienda aforar sólo cuando todo el sulfonato de alquil benceno se haya disuelto y la espuma desaparezca.
  - 6.2.5 Con frecuencia se presentan problemas de emulsificación la cual puede romperse con agitación suave con el extremo plano de una varilla de vidrio. La transferencia de la fase orgánica al segundo embudo de separación se efectúa sólo hasta que las dos fases estén completamente separadas.
  - 6.2.6 Si el color azul de la fase acuosa es muy pobre o desaparece después de la primera extracción, agregar 25 ml de solución de azul de metileno.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	4ª	6 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Sustancias Activas al Azul de Metileno</i>	Junio 2001	03	05-18

6.2.7 La absorbancia debe medirse después de 15 minutos y antes de 30 minutos de haberse desarrollado el color. Una vez transcurrido ese tiempo la solución ya no es estable.

## 7. Cálculos.

El contenido de sulfonato de alquil benceno de sodio (ABS) expresado en mg/l, se calcula con la fórmula siguiente:

$$\text{ABS, en mg/l} = \frac{A}{V}$$

En donde:

A =  $\mu\text{g}$  de sulfonato de alquil benceno de sodio, leídos en la curva de calibración.

V = Volumen de muestra empleada, en ml.

## 8. Precauciones.

8.1 Utilizar guantes de hule, goggles, mascarilla de seguridad y bata de algodón.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-39, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1980.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	QBP. Maria B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª.	1 de 12
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. del NMP de Coliformes Totales y Fecales.</i>	Junio 2001	01	05-19

**Procedimiento para la Determinación del Número Más Probable (NMP) de Coliformes Totales y Coliformes Fecales (Termotolerantes) y Eschlerichia Coli Presuntiva.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª.	2 de 12
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>	Junio 2001	01	05-19

**Contenido.**

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª.	3 de 12
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>	Junio 2001	01	05-19

**Procedimiento para la Determinación del Número Más Probable (NMP) de Coliformes Totales y Coliformes Fecales (Termotolerantes) y Escherichia Coli Presuntiva**

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece un método para la detección y enumeración en agua de organismos coliformes totales y organismos coliformes fecales (termotolerantes).

### 2. Alcance.

Este método es aplicable para todo tipo de agua, incluyendo aquellas que contienen una cantidad apreciable de materia en suspensión.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NMX-AA-42, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1987.

### 4. Equipo y Materiales.

Aparte de los equipos que se suministran estériles, el material de vidrio y el resto del equipo deben esterilizarse.

- 4.1. Incubadora capaz de mantener una temperatura de  $35 \pm 1$  °C ó  $37 \pm 1$  °C y  $44 \pm 0.5$  °C.
- 4.2.- Estufa capaz de mantener una temperatura de 180 a 200 °C.
- 4.3. Autoclave u olla de presión con manómetro.
- 4.4. Potenciómetro.
- 4.5. Balanza analítica con estabilidad de 0.0001 g.
- 4.6. Pipetas serológicas.
- 4.7. Pipeteros de aluminio o papel Krafy.
- 4.8. Tubos de ensaye de cristal refractario de 15 mm X 150 mm, con tapón de baquelita, aluminio o algodón.
- 4.9. Frascos muestreadores de vidrio resistente o cristal refractario de 125 ml, con tapón de cristal esmerilado
- 4.10. Tubos de fermentación (Durham).
- 4.11. Asas de inoculación.
- 4.12. Material común de laboratorio.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª.	4 de 12
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>	Junio 2001	01	05-19

## 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que ha continuación se mencionan, deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua se debe entender agua destilada in vitro o agua desionizada libre de sustancias que pueden inhibir el crecimiento bacteriano en las condiciones de la prueba.

Para la preparación de los reactivos, las condiciones de esterilización deben ser de  $121^{\circ}\text{C}$  y  $1\text{ Kg/cm}^2$  de presión manométrica durante 15 minutos. Los tubos de fermentación (Durham) no deben contener burbujas de aire después de la esterilización.

“En caso de utilizar medios deshidratados, seguir las recomendaciones del fabricante para su preparación”.

### 5.1.- Caldo lactosa. Medio doble concentración:

Peptona	10.0 g
Lactosa	10.0 g
Extracto de carne	6.0 g.
Agua para llevar a	1000 ml

Disolver los componentes en agua hirviendo. Si es necesario, ajustar el pH de modo que al terminar la esterilización sea de 6.7. Preparar el medio de simple concentración diluyendo el medio de doble concentración con un volumen igual de agua.

Distribuir el medio de simple concentración en volúmenes de 5 ml y el de doble concentración en volúmenes de 10 y 50 ml. Cada tubo o matraz debe contener un tubo de fermentación invertido ( Durham ). Esterilizar en autoclave a  $121 \pm 1^{\circ}\text{C}$  durante 15 minutos.

### 5.2. Utilizar uno o más de los siguientes medios confirmativos:

#### 5.2.1. Medios para la producción de gas:

##### 5.2.1.1. Caldo bilis lactosa verde brillante:

Peptona	10.0 g.
Lactosa	10.0 g.
Bilis de buey ( deshidratada )	20.0 g.
Verde brillante ( 0.1 % m/m en solución acuosa )	13 ml
Agua para llevar a	1000 ml

– Disolver la peptona en 500 ml de agua. Añadir los 20 g. de bilis de buey deshidratada disueltos en 200 ml de agua; la solución debe tener un pH entre 7.0 y 7.5 . Disolver con agua hasta un volumen aproximado de 975 ml. Añadir la lactosa y ajustar el pH a 7.4. Añadir la solución de verde brillante y aforar a 1000 ml con agua.

– Distribuir volúmenes de 5 ml en tubos de ensayo conteniendo tubos de fermentación invertidos ( Durham ) y colocar en autoclave a  $115^{\circ}\text{C}$  durante 10 minutos.

Comisión del Agua del Estado de México

Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª.	5 de 12
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>	Junio 2001	01	05-19

NOTA 1. Este medio no da resultados reproducibles en todos los casos y se recomienda comprobar sus propiedades inhibitorias antes de usarlo.

5.2.1.2. medio EC:

Triptosa o tripticasa	20.0 g
Lactosa	5.0 g
Mezcla de sales biliares	1.5 g
Fosfato dibásico de potasio ( $K_2HPO_4$ )	4.0 g
Fosfato monobásico de potasio ( $KH_2PO_4$ )	1.5 g
Cloruro de sodio	5.0 g
Agua para llevar a	1000 ml

- Disolver los componentes por separado y agregarlos agitando suavemente. El pH debe ser de 6.9 después de la esterilización. Antes de esterilizar, distribuir en tubos de fermentación con suficiente medio para que el tubo invertido quede cubierto cuando menos parcialmente después de la esterilización.
- Como medio confirmativo para coliformes totales, el más generalizado es el caldo bilis lactosa verde brillante (BLVB). Para confirmar la presencia de coliformes fecales se utiliza tanto el BLVB como el caldo EC.

5.3. Diluyentes:

5.3.1. Diluyente de peptona ( 0.1 % ).

Peptona	1.0 g
Agua para llevar a	1000 ml

- Disolver la peptona en aproximadamente 950 ml de agua. Ajustar el pH con solución de hidróxido de sodio 1 mol / L o ácido clorhídrico 1 mol/L de modo que después de la esterilización sea de  $7.0 \pm 0.1$ . Aforar a 1000 ml con agua, distribuir en volúmenes convenientes y esterilizar en autoclave a  $121 \pm 1^\circ C$  durante 15 minutos.

5.3.1.1. Solución amortiguadora de fosfatos:

Fosfato monobásico de potasio ( $KH_2PO_4$ )	42.5 g
Cloruro de magnesio ( $MgCl_2$ )	190.0 g
Agua para llevar a	1000 ml

5.3.1.2. Solución de fosfato:

- Disolver 34 g. de fosfato en 500 ml de agua. Ajustar a pH de  $7.2 \pm 0.5$  con solución de hidróxido de sodio 1 mol/L y aforar a 1000 ml con agua.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª.	6 de 12
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>	Junio 2001	01	05-19

### 5.3.1.3. Solución de cloruro de magnesio:

Disolver 38 g de cloruro de magnesio en 1000 ml de agua.

Para usarla, añadir 1.25 ml de solución de fosfato ( 5.3.1.2.) y 5.0 ml de solución de cloruro de magnesio ( 5.3.1.3. ) a 1000 ml de agua. Distribuir en volúmenes convenientes y esterilizar en autoclave a  $121 \pm 1^{\circ}\text{C}$  durante 15 minutos.

## 6. Procedimiento.

### 6.1. Pruebas presuntivas.

#### 6.1.1. Preparación de la muestra e inoculación del medio.

Antes del examen, mezclar perfectamente la muestra agitándola vigorosamente para lograr una distribución uniforme de los microorganismos y, dependiendo de la naturaleza del agua y el contenido bacteriano esperado, hacer todas las diluciones necesarias en esta etapa.

Utilizar series que constan de por lo menos tres diluciones: 10.0 ml, 1.0 ml , y 0.1 ml, o bien 1.0 ml, 0.1 ml, y 0.01 ml. Por cada dilución debe haber 2 ó 5 tubos.

Para diluciones a 10 veces, poner 90 ó 9 ml del diluyente en matraces o tubos de dilución esterilizados. Alternativamente, usar volúmenes de diluyente preesterilizado en botellas con tapón de rosca. Hacer una o más diluciones a 10 veces transfiriendo un volumen de la muestra de aguas a 9 volúmenes de diluyente. Repetir estos pasos cuantas veces sea necesario. Preparar suficiente cantidad de cada dilución para todas las pruebas que se vayan a llevar a cabo con la muestra. Para diluciones diferentes a 10 veces ajustar el volumen del diluyente a la porción de prueba.

#### 6.1.2. Incubación de los tubos.

Incubar los tubos inoculados ya sea a  $35 \pm 1^{\circ}\text{C}$  o  $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$  durante 24-48 horas.

#### 6.1.3. Examen de los tubos.

Examinar los cultivos de los tubos después de un período de incubación de 18 a 24 horas y considerar como resultados positivos a aquellos que muestren turbidez debida al crecimiento bacteriano y formación de gas en los tubos internos invertidos ( Durham ) junto con producción de ácido si el medio de aislamiento contiene un indicador de pH. Reincubar aquellos tubos que no muestran alguno o todos estos cambios y examinarlos nuevamente para detectar reacciones positivas a las 48 horas.

### 6.2. Pruebas confirmativas.

#### 6.2.1. Inoculación del medio.

Resembrar a partir de cada tubo de medio de aislamiento que muestre un resultado positivo en uno en uno o más tubos de medio confirmativo ( 5.2 ) para detectar la producción de gas (tomando una asada del tubo +).

NOTA 4. Si se usa el medio más inhibitorio de caldo lactosa para aislar, resembrar en alguno de los dos medios confirmativos más selectivos, Caldo Bilis Lactosa Verde Brillante o Caldo EC para efectuar la confirmación.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	7 de 12	
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	01	No. de Doc.:	05-19	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Det. del NMP de Coliformes Totales y Fecales.</i>							

### Incubación y examen.

Para confirmar la presencia de organismos coliformes, incubar un tubo de 6.2.1 de Caldo Bilis Lactosa Verde Brillante o Caldo EC a 37°C y examinarlo para ver si hay producción de gas dentro de un período de 48 horas.

Para confirmar la presencia de organismos coliformes termotolerantes, incubar otro tubo de 9.2.1 de Caldo Bilis Lactosa Verde Brillante o Caldo EC a 44°C durante 24 horas para ver si hay producción de gas.

### 7. Cálculos.

A partir del número de tubos que dan reacciones positivas en los medios de aislamiento y confortativo, calcular por referencia a las tablas estadísticas (ver tabla) el número más probable de organismos coliformes, organismos coliformes termotolerantes de la muestra. Cuando se emplean diluciones, el resultado final deberá multiplicarse por el factor de dilución para hacerlo equivalente.

En caso de no encontrar en las tablas la combinación de tubos adecuada, emplear para los cálculos la siguiente ecuación:

$$\text{NMP} / 100 \text{ ml} = \frac{\text{No. de tubos positivos} \times 100}{\text{ml de muestra en Tubos negativos} \times \text{ml de muestra en todos los tubos.}}$$



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª.	Página:	8 de 12
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	01	No. de Doc.:	05-19
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>						

**Tabla 1**

Indice del NMP y limite confiable de 95% para varias combinaciones de resultados positivos y negativos cuando se usan: 5 tubos con porciones de 10 ml en cada uno, 5 con porciones de 1 ml y 5 con porciones de 0.1 ml.

No. de tubos con reacciones positivas			Indice del NMP por 100 ml	Limite Confiable de 95%	
5 tubos con 10 ml	5 tubos con 1 ml	5 tubos con 0.1 ml		Inferior	Superior
0	0	0	<2		
0	0	1	2	<0.5	7
0	1	0	2	<0.5	7
0	2	0	4	<0.5	11
1	0	0	2	<0.5	7
1	0	1	4	<0.5	11
1	1	0	4	<0.5	11
1	1	1	6	<0.5	15
1	2	0	6	<0.5	15
2	0	0	5	<0.5	13
2	0	1	7	1	17
2	1	0	7	1	17
2	1	1	9	2	21
2	2	0	9	2	21
2	3	0	12	3	28
3	0	0	8	1	19
3	0	1	11	2	25
3	1	0	11	2	25
3	1	1	14	4	34
3	2	0	14	4	34
3	2	1	17	5	46
3	3	0	17	5	46
4	0	0	13	3	31
4	0	1	17	5	46
4	1	0	17	5	46
4	1	1	21	7	63
4	1	2	26	9	78
4	2	0	22	7	67
4	2	1	26	9	78
4	2	2	33	11	93
4	3	0	34	12	93
5	0	0	23	7	70
5	0	1	31	11	89
5	0	2	43	15	110
5	1	0	33	11	93
5	1	1	46	16	120
5	1	2	63	21	150
5	2	0	49	17	130
5	2	1	70	23	170
5	2	2	94	28	220
5	3	0	79	25	190
5	3	1	110	31	250
5	3	2	140	37	340
5	3	3	180	44	500
5	4	0	130	35	300
5	4	1	170	43	490
5	4	2	220	57	700
5	4	3	280	90	850
5	4	4	350	120	1000
5	5	0	240	68	750
5	5	1	350	120	1000
5	5	2	540	180	1400
5	5	3	920	300	3200
5	5	4	1600	640	5800
5	5	5	≤2400		



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª.	Página:	9 de 12	
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	01	No. de Doc.:	05-19	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>							

**Tabla 2**

Índice del NMP y límite confiable de 95% para varias combinaciones de resultados positivos y negativos cuando se usan: 1 tubo con porciones de 50 ml, 5 tubos con porciones de 10 ml y 5 tubos con porciones de 1 ml.

No. de tubos con reacciones positivas			Índice del NMP por 100 ml	Límite Confiable de 95%		No. de tubos con reacciones positivas			Índice del NMP por 100 ml	Límite Confiable de 95%	
1 tubos con 50 ml	5 tubos con 10 ml	5 tubos con 1 ml		Inferior	Superior	1 tubos con 50 ml	5 tubos con 10 ml	5 tubos con 1 ml		Inferior	Superior
0	0	0	< 1								
0	0	1	1	< 0.5	4	1	2	1	7	1	17
0	0	2	2	< 0.5	6	1	2	2	10	3	23
0	1	0	1	< 0.5	4	1	2	3	12	3	28
0	1	1	2	< 0.5	6	1	3	0	8	2	19
0	1	2	3	< 0.5	8	1	3	1	11	3	26
0	2	0	2	< 0.5	6	1	3	2	14	4	34
0	2	1	3	< 0.5	8	1	3	3	18	5	53
0	2	2	4	< 0.5	11	1	3	4	21	6	66
0	3	0	3	< 0.5	8	1	4	0	13	4	31
0	3	1	5	< 0.5	13	1	4	1	17	5	47
0	4	0	5	< 0.5	13						
1	0	0	1	< 0.5	4	1	4	2	22	7	69
1	0	1	3	< 0.5	8	1	4	3	28	9	85
1	0	2	4	< 0.5	11	1	4	4	35	12	100
1	0	3	6	< 0.5	15	1	4	5	43	15	120
1	1	0	3	< 0.5	8	1	5	0	24	8	75
1	1	1	5	< 0.5	13	1	5	1	35	12	100
1	1	2	7	1	17	1	5	2	54	18	140
1	1	3	9	2	21	1	5	3	92	27	220
1	2	0	5	< 0.5	13	1	5	4	160	39	450
						1	5	5	>240		



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª.	Página:	10 de 12
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	01	No. de Doc.:	05-19
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>						

**Tabla 3**

Indice de NMP y limite confiable de 95% para varias combinaciones de resultados positivos y negativos cuando se usan: 5 tubos con porciones de 50 ml, 5 tubos con porciones de 10 ml y 5 tubos con porciones de 1 ml.

No. de tubos con reacciones positivas			Indice del NMP por 100 ml	Límite Confiable de 95%	
5 tubos con 50 ml	5 tubos con 10 ml	5 tubos con 1 ml		Inferior	Superior
0	0	0	< 1		
0	0	1	1	< 0.5	2
0	1	0	1	< 0.5	2
0	1	1	1	< 0.5	2
0	2	0	1	< 0.5	2
0	3	0	1	< 0.5	2
1	0	0	1	< 0.5	2
1	0	1	1	< 0.5	2
1	1	0	1	< 0.5	2
1	1	1	1	< 0.5	2
1	2	0	1	< 0.5	2
1	2	1	2	< 0.5	4
1	3	0	2	< 0.5	4
2	0	0	1	< 0.5	2
2	0	1	1	< 0.5	2
2	1	0	1	< 0.5	2
2	1	1	2	< 0.5	4
2	2	0	2	< 0.5	4
2	2	1	2	< 0.5	4
2	3	0	2	< 0.5	4
2	3	1	3	1	7
2	4	0	3	1	7
3	0	0	2	< 0.5	4
3	0	1	2	< 0.5	4
3	1	0	2	< 0.5	4
3	1	1	2	< 0.5	4
3	1	2	3	1	7
3	2	0	3	1	7
3	2	1	3	1	7
3	2	2	4	1	9
3	3	0	3	1	7
3	3	1	4	1	9
3	3	2	4	1	9
3	4	0	4	1	9
3	4	1	4	1	9
4	0	0	2	< 0.5	4
4	1	0	2	< 0.5	4
4	1	1	3	1	7
4	1	2	3	1	7
4	2	0	3	1	7
4	2	1	4	1	9
4	2	2	4	1	9
4	3	0	4	1	9
4	3	1	5	2	12
4	3	2	6	2	14
4	4	0	6	2	14
4	4	1	7	3	17
4	4	2	7	3	17
4	5	0	8	3	19
5	0	0	4	1	9
5	0	1	4	1	9
5	0	2	6	2	14
5	1	0	5	2	12
5	1	1	6	2	14
5	1	2	7	3	17
5	2	0	6	2	14
5	2	1	8	3	19
5	2	2	10	4	23
5	2	3	12	4	28
5	3	0	9	3	21
5	3	1	11	4	26
5	3	2	14	5	34
5	3	3	18	6	53
5	4	0	13	6	31
5	4	1	17	6	47
5	4	2	22	7	70
5	4	3	28	9	85
5	4	4	35	11	100
5	5	0	24	8	75
5	5	1	35	11	100
5	5	2	54	18	140

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª.	Página:	11 de 12	
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	01	No. de Doc.:	05-19	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>							

4	0	1	3	1	7
4	0	2	3	1	7
4	1	0	3	1	7

5	5	3	92	27	220
5	5	4	160	39	420
5	5	5	≥240		

**Tabla 4**

Indice del NMP y límite confiable de 95% para varias combinaciones de resultados positivos y negativos cuando se usan: 3 tubos con porciones de 10 ml 3 tubos con porciones de 1 ml y 3 con porciones de 0.1 ml.

No. de tubos con reacciones positivas			Indice del NMP por 100 ml	Límite Confiable de 95%	
3 tubos con 10 ml	3 tubos con 1ml	3 tubos con 0.1 ml		Inferior	Superior
0	0	0	<3		
0	0	1	3	<0.5	9
0	1	0	3	<0.5	13
1	0	0	4	<0.5	20
1	0	1	7	1	21
1	1	0	7	1	23
1	1	1	11	3	36
1	2	0	11	3	36
2	0	0	9	1	36
2	0	1	14	3	37
2	1	0	15	3	44
2	1	1	20	7	89
2	2	0	21	4	47
2	2	1	28	10	150
3	0	0	23	4	120
3	0	1	39	7	130
3	0	2	64	15	380
3	1	0	43	7	210
3	1	1	75	14	230
3	1	2	120	30	380
3	2	0	93	15	380
3	2	1	150	30	440
3	2	2	210	35	470
3	3	0	240	36	1300
3	3	1	460	71	2400
3	3	2	1100	150	4800
3	3	3	≥2400		

**8. Precauciones.**

Usar bata de algodón, limpiar y desinfectar la mesa con fenol al 2-3%, alcohol al 95% ó bencaldehído al 5%, cubre bocas, área estéril (mecheros o campana de flujo laminar).

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	QBP. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª.	12 de 12
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. del NMP de Colif. Totales y Colif. Fecales.</i>	Junio 2001	01	05-19

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-42, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1987.
- Métodos Normalizados para el análisis de agua potable y residuales, 17. Edición., Edición Díaz Santos, S.A., 1992.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P.I.Q.I. María Magdalena Vera Méndez <i>J.M.</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero <i>[Signature]</i>	Junio 1999	3ª.	1 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>[Signature]</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cromo Hexavalente</i>	Junio 2001	02	05-20

**Procedimiento para la Determinación de Cromo Hexavalente.  
(Método Colorimétrico)**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P.I.Q.I. María Magdalena Vera Méndez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Junio 1999	3ª.	2 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cromo Hexavalente</i>	Junio 2001	02	05-20

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P.I.Q.I. María Magdalena Vera Méndez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Junio 1999	3ª.	3 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cromo Hexavalente</i>	Junio 2001	02	05-20

**Procedimiento para la Determinación de Cromo Hexavalente.  
(Método Colorimétrico)**

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método colorimétrico con difenilcarbazida, para la determinación de cromo hexavalente en agua.

### 2. Alcance.

Esta técnica es aplicable en aguas naturales, residuales e industriales.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NMX-AA-44-1981 "Determinación de Cromo Hexavalente (Método Colorimétrico)", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Espectrofotómetro para usarse a 540 nm provisto de un paso de luz de 1 cm.
- 4.2 Membrana de 0.45 micras ( $\mu\text{m}$ ).
- 4.3 Material común de laboratorio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico; cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada y/o desionizada.

#### 5.1 Solución madre de cromo.

Disolver 141.4 mg de dicromato de potasio anhidro ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) en agua y diluir a 1 litro. Un mililitro de la solución, equivale a  $50 \mu\text{g}$  de  $\text{Cr}^{+6}$ .

#### 5.2 Solución patrón de cromo.

Diluir 10 ml de la solución madre de cromo a 100 ml de agua. Un mililitro de esta solución equivale a  $5 \mu\text{g}$  de  $\text{Cr}^{+6}$ .

#### 5.3 Ácido sulfúrico 1:1 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

#### 5.4 Ácido fosfórico al 35% ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ).

#### 5.5 Acetona.

#### 5.6 Solución de difenilcarbazida.

Disolver 0.25 g. de 1,5 difenilcarbazida en 50 ml de acetona. Almacenar en frascos ámbar y eliminar cuando la solución se muestre decolorada.

#### 5.7 Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ).



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P.I.Q.I. María Magdalena Vera Méndez <i>UM</i>	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	3ª	Página:	4 de 5	
Revisó:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero <i>H</i>	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	02	No. de Doc.:	05-20	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Cromo Hexavalente</i> <i>2</i>							

## 6. Procedimiento.

6.1 Preparación de la curva de calibración. Medir volúmenes de la solución patrón de cromo ( 5.2 ) en el ámbito de 2.0 - 20 ml y pasarlos a matraces aforados de 100 ml, agregar 2.0 ml de  $H_2SO_4$  ( 1:1 ) y 5 gotas de  $H_3PO_4$  (35%) y diluir a 100 ml Agregar 2.0 ml de la solución de difenilcarbazida, mezclar y dejar reposar 15 minutos para que se desarrolle totalmente el color. Medir la absorbancia a 540 nm utilizando una celda de 1 cm (ver 8.1), correr un testigo usando agua y corregir las lecturas de absorbancia de los patrones, restando la absorbancia del testigo.  
Para construir la curva de calibración se gráfica la absorbancia contra microgramos de cromo hexavalente ( $\mu g$  de  $Cr^{+6}$ ).

NOTA: Se debe construir una nueva curva de calibración cada vez que se usen nuevos reactivos.

### 6.2 Análisis de la muestra.

6.2.1 Filtrar la muestra y tomar la alícuota dependiendo de las características físico - químicas de la misma: la alícuota para muestras muy claras será de 90 ml, que es la máxima alícuota que se debe tomar.

6.2.2 Agregar 2.0 ml de  $H_2SO_4$  ( 1:1 ) y 5 gotas de  $H_3PO_4$  (35%), pasar la solución a un matraz volumétrico de 100 ml y aforar con agua añadir 2.0 ml de la solución de difenilcarbazida, mezclar y dejar reposar 15 minutos, para el completo desarrollo del color.

6.2.3 Medir la absorbancia a 540 nm utilizando una celda de 1 cm, corregir la lectura restando la absorbancia de un testigo hecho con agua.

6.2.4 De la absorbancia corregida, determinar los microgramos de cromo hexavalente presente, teniendo como referencia la curva de calibración.

NOTA. Si la solución es turbia, deberá de diluir a 100 ml, tomar la absorbancia antes de la adición del reactivo de la solución de difenilcarbazida y corregir la absorbancia de la solución colorida final, restando la absorbancia medida previamente.

## 7. Cálculos.

La concentración de cromo hexavalente se calcula por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{mg / l de Cromo hexavalente} = \frac{A}{V}$$



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P.I.Q.I. María Magdalena Vera Méndez <i>VM</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Junio 1999	3ª	5 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cromo Hexavalente</i>	Junio 2001	02	05-20

En donde:

A =  $\mu\text{g}$  de  $\text{Cr}^{+6}$  leídos en la curva.

V = Volumen de la muestra, en ml.

## 8. Precauciones.

- 8.1 Se recomienda el uso de celdas perfectamente limpias libres de rayaduras y previamente enjuagadas con la muestra antes de efectuar el análisis.
- 8.2 Utilizar equipo de seguridad de laboratorio, el cual consta de: bata de laboratorio, cubrebocas, guantes, goggles y mascarilla de seguridad.
- 8.3 Utilizar campana de extracción para la preparación de reactivos.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-44, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México, 1981.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	2ª.	1 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color (Escala Platino-Cobalto)</i>	Junio 2001	01	05-21

**Procedimiento para la Determinación de Color  
(Escala Platino-Cobalto).**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	2ª	2 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AAC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color (Escala Platino-Cobalto)</i>	Junio 2001	01	05-21

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencia.
4. Equipos y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	3 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color (Escala Platino-Cobalto)</i>	Junio 2001	01	05-21

### Procedimiento para la Determinación de Color (Escala Platino-Cobalto)

#### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método de comparación visual para la "Determinación de color en agua".

#### 2. Alcance.

Este método es aplicable en aguas de cuerpos receptores superficiales, estuarinas, costeras y subterráneas; no es aplicable en descargas de aguas residuales.

El color se determina por comparación visual de la muestra con soluciones coloridas de platino-cobalto de concentraciones conocidas y también se puede determinar con discos-patrón, la unidad de color es la producida por 1 mg/l de platino en forma de ion cloro platinato.

#### 3. Referencias.

Esta técnica se complementa con las Normas Mexicanas en vigor siguientes: NMX-AA-14 "Cuerpos receptores- muestreo" y NMX-BB-14 "Clasificación y tamaños nominales para utensilios e vidrio usados en laboratorio.

#### 4. Equipo y materiales.

- 4.1 Tubos Nessler de 50 ml de forma alta.
- 4.2 Comparador de color ( Ver apéndice 10.1).
- 4.3 Disco para color.
- 4.4 Centrifuga.
- 4.5 Potenciómetro.

#### 5. Soluciones y Reactivos.

5.1. Los Reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada.

5.2. Solución madre de platino-cobalto.- Se disuelven 1.240 gr de cloroplatinato potásico ( $K_2PtCl_6$ ) equivalente a 0.5 gr de platino metálico, y 1 gr de cloruro cobaltoso hexahidratado cristalizado ( $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ ) equivalente a 0.25 gr de cobalto metálico en agua destilada, con 100 ml de ácido clorhídrico concentrado, aforándose con agua a un litro, esta solución tiene 500 unidades de color.

Medio filtrante.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>lse</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	L.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TA</i>	Junio 1999	2ª	4 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color (Escala Platino-Cobalto)</i>	Junio 2001	01	05-21

## 6. Procedimiento.

### 6.1. Comparación con soluciones de platino - cobalto.

Preparar soluciones patrón que tengan colores de acuerdo a la tabla 1

Tabla 1

Unidades de color	Solución madre Platino-Cobalto (ml)
5	0.5
10	1.0
15	1.5
20	2.0
25	2.5
30	3.0
35	3.5
40	4.0
45	4.5
50	5.0
55	5.5
60	6.0
65	6.5
70	7.0

- Colocar los volúmenes de solución madre de platino-cobalto en tubos de Nessler y aforar con agua a 50 ml.

NOTA. Dichas soluciones deben renovarse cada 6 meses como máximo.

Colocar la muestra libre de turbiedad en un tubo de Nessler y comparar con las soluciones patrón. Se recomienda efectuar la observación, mirando verticalmente hacia abajo a través de los tubos contra una superficie blanca o contra un espejo colocado en un ángulo tal que la luz se refleje hacia arriba a través de las columnas del líquido.

- Si el color se excede de 70 unidades, diluir la muestra con agua en proporciones conocidas hasta que el color esté dentro del intervalo de las soluciones patrón.

### 6.2. Comparación con discos calibrados.

- Colocar la muestra libre de turbiedad en un tubo de 50 ml. provisto de un tapón de vidrio con una superficie ópticamente limpia.
- En otro tubo igual al anterior se coloca agua que servirá como referencia.
- El disco comparador se coloca en la parte superior del equipo, se gira buscando igualar los colores de ambos tubos y al igualarla se tomará la lectura del color en el disco.
- Si el disco no tiene el intervalo que permita comparar la muestra, ésta se debe diluir hasta que el color se pueda medir, antes de la dilución.
- Medir el pH de la muestra.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	5 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Color (Escala Platino-Cobalto)</i>	Junio 2001	01	05-21

## 7. Cálculos.

Los resultados de las determinaciones de color, se deben expresar en números enteros, especificando el pH ya que el color está en función del pH que se tenga.

Las unidades de color se determinan por la siguiente fórmula:

$$\text{Unidades de color} = l \times f$$

Donde :

$l$  = Lectura del patrón o del disco.

$f$  = Factor de dilución  $(V_f)$

$$\frac{\text{-----}}{(V_i)}$$

$V_f$  = Volumen Final

$V_i$  = Volumen inicial.

## 8. Precauciones.

- 8.1 La turbiedad es la única interferencia grave en este método y se recomienda eliminarla mediante centrifugas o filtración.
- 8.2 Las muestras para la determinación de color deben ser representativas y deben tomarse en recipientes limpios y refrigerarse a 4°C.
- 8.3 La determinación de color debe efectuarse dentro de las 24 horas de su recolección pues los cambios biológicos afectan el color de las muestras.
- 8.4 Se pueden usar los comparadores de color estandarizados existentes en el mercado, siguiendo las instrucciones del fabricante.
- 8.5 Una superficie ópticamente limpia, es aquella libre de aberraciones o distorsiones.
- 8.6 Se recomienda seguir las instrucciones del fabricante del equipo.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-45, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1981.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. Maria B. Orozco Villanueva. <i>MB</i>	Junio 1999	3ª	1 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

**Procedimiento para la Determinación de Dureza  
(Método del E.D.T.A.)**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva. <i>MB</i>	Junio 1999	3ª	2 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

## Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencia.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva. <i>AB</i>	Junio 1999	3ª	3 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

**Procedimiento para la Determinación de Dureza  
(Método del E.D.T.A.)**

### 1. Objetivo.

El presente protocolo pretende establecer el procedimiento para el análisis de dureza en el agua, mediante el método volumétrico del E.D.T.A.

### 2. Alcance.

Bajo ciertas condiciones éste método es aplicable para aguas naturales y residuales.

### 3. Referencias.

Esta técnica está en concordancia con la Norma Oficial Mexicana NOM-AA-72-1981 "Análisis de agua, Determinación de Dureza - Método del EDTA".

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Material común de laboratorio.
- 4.2 Medidor de pH.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, y cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada o desionizada, a menos que se indique otra cosa.

#### 5.1 Solución patrón de E.D.T.A. 0.01 M.

Pesar 3,7230 g de sal disódica dihidratada de etilen diamino tetra acetato, también llamada sal ácida de etilen dinitrilo tetra acético sódico ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), E.D.T.A., disolver en agua y aforar a 1000 ml.

#### 5.2 Indicador de rojo de metilo.

Disolver 0.1 g de sal de sodio de rojo de metilo y diluir a 100 ml con agua.

#### 5.3 Solución de ácido clorhídrico 1:1.

Mezclar un volumen de ácido clorhídrico (HCl) concentrado con el mismo volumen de agua.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva. <i>MB</i>	Junio 1999	3ª	4 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

#### 5.4 Solución de Hidróxido de Amonio 3N.

Diluir 240 ml de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), hasta un litro de agua.

#### 5.5 Solución patrón de Carbonato de Calcio.

Pesar 1.0 g de carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) anhidro, (previamente secado a  $200^\circ\text{C}$  durante toda la noche), ponerlo en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. Colocar un embudo en el cuello del matraz y agregar poco a poco, solución de HCl 1:1, hasta que todo el carbonato de calcio se disuelva. Agregar 200 ml de agua aproximadamente y hervir por unos minutos para expeler el  $\text{CO}_2$ , enfriar y agregar un par de gotas del indicador rojo de metilo y ajustar a un color intermedio naranja, por adición de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 3N, (que vira a color amarillo la solución) o bien HCl 1:1 (que hace virar a rosa), hasta que se logre un tenue color anaranjado. Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml y aforar con agua.

#### 5.6 Soluciones amortiguadoras.

##### 5.6.1 Solución amortiguadora para dureza total.

Solución A: Disolver 1.179 g de EDTA y 780 mg de sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) o bien 644 mg de cloruro de magnesio ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en 50 ml de agua.

Solución B: Disolver 16.9 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  en 143 ml de hidróxido de amonio concentrado. Mezclar ambas soluciones y aforar a 250 ml con agua. Guardar en un recipiente herméticamente cerrado para evitar pérdida de  $\text{NH}_3$  o entrada de  $\text{CO}_2$ . Renovar mensualmente o desechar la solución cuando al agregar a la muestra 1 ó 2 ml no se logre al final de la titulación un pH de  $10.0 \pm 0.1$ .

##### 5.6.2 Solución amortiguadora para dureza cálcica.

Hidróxido de sodio 1 N.

Disolver 40 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) en 900 ml de agua, esperar a que se enfríe y aforar a 1000 ml

#### 5.7 Indicador negro de eriocromo T.

Mezclar 0.5 g del indicador con 100 g de NaCl para preparar una mezcla seca en polvo. Este indicador cambia de color guinda rojizo a un azul claro, en el vire final.

#### 5.8 Indicador de murexida (purpurato de amonio).

Prepárese mezclando 200 mg de murexida con 100 de NaCl sólido y tritúrese en mortero hasta lograr que se mezcle íntimamente. Este indicador vira de rosa a púrpura en el punto final.

#### 5.9 Inhibidores.

En cualquier tipo de agua pueden presentarse interferencias, para lo cual se elige el uso de cualquiera de



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva. <i>MB</i>	Junio 1999	3ª	5 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

### 5.9.2 Inhibidor II

Disolver 5.0 g de sulfuro de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), o bien 3.7 g de  $\text{Na}_2\text{S}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en 100 ml de agua, proteger del aire con un tapón hermético de caucho. El inhibidor se deteriora con la oxidación del aire.

### 5.9.3 Inhibidor III

Disolver 4.5 g de clorhidrato de hidroxilamina en 100 ml de alcohol etílico al 95% o alcohol isopropílico.

## 5.10 Reactivos para el pretratamiento de la muestra.

5.10.1 Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) concentrado.

5.10.2 Peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) al 30%.

5.10.3 Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) concentrado.

5.10.4 Hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) concentrado.

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Dureza Cálctica.

#### 6.1.1 Principio.

Cuando se añade EDTA al agua que contiene calcio y magnesio, aquel se combina primero con el calcio. El calcio se determina directamente con EDTA cuando el pH es lo suficientemente alto para que se precipite el magnesio como hidróxido, utilizando un indicador que se combine con el calcio únicamente. El indicador murexida origina un cambio de color cuando todo el calcio ha pasado a formar un complejo con el EDTA a un pH 12 a 13.

#### 6.1.2 Determinación en la muestra.

Para determinar dureza cálcica en la muestra, se acondiciona una alícuota de esta con 2 ml de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 1 N, o un volumen suficiente para producir un pH de 12 a 13. Agítase, añádase una cantidad adecuada (0.1 a 0.2 g) de la mezcla del indicador murexida en polvo, (de modo práctico, lo que se tome con la punta de una varilla delgada de vidrio es suficiente). Titular con la solución de EDTA hasta el vire de rosa a púrpura. Cuando se utiliza murexida, compruébese el punto final por adición de una o dos gotas más de EDTA, para cerciorarse de que no hay más cambio de color.

### 6.2 Dureza Total.

#### 6.2.1 Principio.

El EDTA y sus sales de sodio forman un quelato complejo soluble cuando se agregan a una solución de ciertos cationes metálicos. Si se agrega una pequeña cantidad de colorante, como el negro de eriocromo T, a una solución acuosa que contenga iones de calcio y magnesio, a un valor de pH  $10 \pm 0.1$  la solución vira al rojo vino; si entonces se agrega el EDTA como titulador, se forman complejos de calcio y magnesio. Después de que se ha agregado el EDTA suficiente para que todos los iones de calcio y magnesio hayan formado complejos, el color de la solución virará del rojo vino al azul que es el punto final de la titulación.



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva. <i>MB</i>	Junio 1999	3ª	6 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método de EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

**6.2.2. Determinación en la muestra.**

Tomar un volumen de la muestra, considerando que la alícuota tomada no debe gastar más de 15 ml de EDTA. En caso de presentarse interferencias en la muestra, usar el inhibidor adecuado de acuerdo a la tabla de interferencias.

Ajustar a un pH de  $10 \pm 0.1$  adicionando el volumen necesario de solución amortiguadora (generalmente 1 a 2 ml). Agregar la cantidad adecuada de la mezcla seca del indicador. Titular con la solución de EDTA hasta el vire rojo-azul. Se recomienda que el tiempo de titulación no pase de 5 minutos desde el ajuste de pH. (Ver precauciones)

**6.3 Pretratamiento de la muestra para aguas contaminadas y aguas residuales.**

Tomar un volumen adecuado de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Acidificar con ácido nítrico, llevar a sequedad en un baño maría o parrilla de calentamiento. Agregar 25 ml de ácido nítrico concentrado y calentar cerca del punto de ebullición hasta reducir el ácido a un volumen pequeño. Continuar agregando y evaporando porciones de ácido nítrico - peróxido de hidrógeno (en solución 5 a 1) hasta la ausencia de humos café.

Disolver los residuos en una cantidad mínima de ácido clorhídrico y agua caliente.

Filtrar, ajustar el pH a 7 con hidróxido de amonio concentrado y aforar a un volumen conocido.

**6.4 Interferencias.**

El ortofosfato precipita el calcio al pH del ensayo.

El estroncio y el bario dan interferencia positiva, y una alcalinidad por encima de 300 mg/l puede ser la causa de un punto final indistinguible en las aguas duras. Aunque los polifosfatos y metales pesados en cantidades que normalmente se encuentran presentes en el agua no interfieren con el método, sin embargo ciertos excesos pueden causar cambios indistintos en el punto final del vire. Para eliminar esta interferencia se recomienda hacer uso de inhibidores, probando con los tres tipos alternativamente (ver la tabla de interferencias).

**6.5 Tabla de interferencias máximas (mg/l) de interferencias permisibles con los distintos inhibidores \***

SUSTANCIA INTERFERENTE	INHIBIDOR		
	I	II	III
ALUMINIO	20	20	20
BARIO	+	+	+
CADMIO	+	20	+
COBALTO	más de 20	0.3	0 **
COBRE	más de 30	20	0.3
HIERRO	más de 30	5	20
PLOMO	+	20	+
MANGANESO (Mn <sup>2+</sup> )	+	1	1
NÍQUEL	más de 20	0.3	0 **
ESTRONCIO	+	+	+
ZINC	+	200	+
POLIFOSFATOS		10	
Cantidad a usar	250 mg	1 ml	1 ml

\* Basada en una alícuota de 25 ml, diluida a 50 ml.

\*\* El inhibidor no funciona en éste caso.

+ Se titula como dureza.



Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva <i>MB</i>	Junio 1999	3ª	7 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

## 6.6 Procedimiento para durezas bajas.

Esta modificación se usa para el efluente de los permutadores iónicos o para otras aguas ablandadas, lo mismo que para aguas naturales de dureza baja (menos de 5 mg/l).

Se toma para la titulación un volumen mayor de muestra de 100 a 1000 ml y se agregan cantidades proporcionalmente grandes de amortiguador, inhibidor e indicador.

El titulador se debe agregar lentamente de una microbureta y se debe correr un testigo usando agua bidestilada, destilada o desionizada del mismo volumen que el de la muestra, con idénticas cantidades de amortiguador, inhibidor e indicador.

## 7. Cálculos.

### 7.1 Valoración de la solución EDTA.

Tomar 10 ml de la solución patrón de carbonato de calcio y diluir a 50 ml con agua destilada en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Agregar 1 ó 2 ml de la solución amortiguadora (el necesario para llevar la solución a un pH de  $10 \pm 0.1$ ). Agregar 0.1 a 0.2 g de la mezcla del indicador eriocromo negro T.

Titular con la solución patrón de EDTA lentamente, con agitación continua, hasta el vire rojo-azul.

Para calcular el factor F de la solución de EDTA se aplica la fórmula siguiente:

$$F = \frac{\text{mg de CaCO}_3 \text{ en la solución titulada}}{\text{ml de solución de EDTA empleados en la titulación}}$$

Efectuar un mínimo de tres titulaciones y calcular un factor promedio.

### 7.2 Valoración de la normalidad del EDTA.

$$N = \frac{A \times B}{50 \times C}$$

Donde:

A= g de la  $\text{CaCO}_3$  utilizados en la solución patrón.

B= ml de la solución patrón de  $\text{CaCO}_3$  tomados para la titulación.

C= ml de EDTA gastados en la titulación.

50= peso equivalente del  $\text{CaCO}_3$ .

### 7.3 Cálculo de la concentración.

La concentración de dureza en mg/l como  $\text{CaCO}_3$  se calcula con la fórmula siguiente:

$$\text{Dureza Total} = \frac{V \times 1000 \times F}{M}$$

Donde:

V= ml de la solución EDTA gastados en la titulación.

F= Factor de la solución de EDTA determinado arriba.

M= ml de muestra tomada para la titulación.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	3ª	8 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	Nu. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

#### 7.4 Cálculo de Dureza como calcio.

$$\text{mg Ca/l} = \frac{A \times B \times 400.8}{\text{ml de muestra}}$$

Donde:

A= ml de reactivo de titulación para la muestra.

B= mg de  $\text{CaCO}_3$  equivalente a 1.00 ml de reactivo de titulación de EDTA en el punto final de indicador para el calcio.

400.8= El reactivo de titulación EDTA 0.01 M (ó 0.02 N) equivale a 400.8  $\mu\text{g Ca/1.00 ml}$

#### 8. Precauciones.

8.1 La precisión del vire es mejor cuando aumenta el pH, pero éste no se puede incrementar indefinidamente por el peligro de que precipiten el  $\text{CaCO}_3$  o el  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , pero debido a que la tinción cambia su color a valores altos del pH se recomienda como el más satisfactorio para este procedimiento.

Titúlese inmediatamente después de añadir el alcali y el indicador, en todo caso, se recomienda que el tiempo de titulación no pase de 5 minutos desde el ajuste de pH.

Cuando se use murexida como indicador, compruébese el punto final por adición de 1 ó 2 gotas más del reactivo de titulación para cerciorarse de que no haya cambio de color.

Las titulaciones se verifican mejor a temperaturas normales o cercanas al ambiente. A una temperatura cercana a la congelación los vires son, en la práctica, demasiado lentos y, en el extremo opuesto, presenta un problema la descomposición del indicador en el agua caliente.

En el procedimiento que se recomienda, el pH especificado constituye un medio favorable para la precipitación del  $\text{CaCO}_3$ , como ya se dijo antes.

Aunque el agente titulador disuelve lentamente tal precipitado, la alteración del vire puede conducir a resultados en déficit, por ese motivo se ha fijado un tiempo limite (de 5 minutos) para el desarrollo de todo el procedimiento, con lo que se reduce la tendencia a la precipitación del  $\text{CaCO}_3$ .

Los tres métodos siguientes también contrarrestan las pérdidas por precipitación:

a) La muestra se puede diluir con agua destilada, para reducir la concentración del  $\text{CaCO}_3$ . El simple expediente de diluir la porción alícuota de 25 a 50 ml se ha incorporado en el procedimiento recomendado, pero si la precipitación se presenta a esta dilución, se pueden seguir las modificaciones b o c. No se debe confiar en una porción alícuota demasiado pequeña, pues se da lugar a errores sistemáticos derivados de los que se tienen en las lecturas de la bureta.

b) Si se conoce o se estima, por una titulación preliminar, la dureza aproximada de una muestra, se puede agregar el 90 ó 100% ó más del agente titulador a la muestra, antes de ajustar el pH con la solución amortiguadora.

c) La muestra se puede acidular y agitar por 2 minutos para expulsar el  $\text{CO}_2$ , antes de ajustar el pH con la amortiguadora. Una determinación previa de la alcalinidad puede indicar la cantidad de ácido que se ha de agregar a la muestra para éste propósito.

Cuando se usa cianuro de sodio como inhibidor, es necesario agregar suficiente amortiguador para ajustar el pH a  $10.0 \pm 0.1$  y compensar la alcalinidad adicional resultante de la hidrólisis del cianuro de sodio.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva. <i>MB</i>	Junio 1999	3ª	9 de 9
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Dureza por Método del EDTA</i>	Junio 2001	03	05-22

El cianuro de sodio es extremadamente venenoso y, cuando se use, se deben tener mayores precauciones que las usuales. Las soluciones que contengan este inhibidor se pueden arrastrar al drenaje o al alcantarillado con grandes volúmenes de agua, siempre que no se tenga ácido presente, porque pondría en libertad el HCN volátil y venenoso.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-72-1981 "Análisis de agua - Determinación de Dureza - Método del E.D.T.A.", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, 17 th Edition, EUA, 1989.
- "Riesgos del ambiente humano para la salud", Organización Mundial de la Salud, 1976.
- "Agua y salud humana", F. Eugene McJunkin, Organización Mundial de la Salud, Editorial Limusa, 1982.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

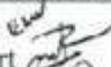


Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega. <i>EM</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª	1 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fenoles</i>	Junio 2001	02	05-23

**Procedimiento para la Determinación de Fenoles.**

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega. 	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart 	Junio 1999	3ª	2 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez 	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fenoles</i>	Junio 2001	02	05-23

### Contenido

1. Objetivo.
  2. Alcance.
  3. Referencias.
  4. Equipo y Materiales.
  5. Soluciones y Reactivos.
  6. Procedimiento.
  7. Cálculos.
  8. Precauciones.
  9. Bibliografía.
  10. Observaciones a la Técnica Analítica.
- 
-



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega. <i>Emw</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	3ª	3 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fenoles</i>	Junio 2001	02	05-23

## Procedimiento para la Determinación de Fenoles

### 1. Objetivo.

Establecer el método espectrofotométrico para determinar fenoles en agua.

### 2. Alcance.

Aplicable para aguas de origen residual y natural (superficiales y marinas). Este método cubre el ámbito de concentraciones de fenoles de 0.001 a 1 mg/l.

### 3. Referencias.

Este método se complementa con las Normas Oficiales Mexicanas en vigor siguientes:

NOM-AA-3	Aguas Residuales - Muestreo.
NOM-AA-14	Cuerpos Receptores - Muestreo.
NOM-BB-14	Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en el laboratorio.
NOM-Z-1	Sistema General de Unidades de medidas - sistema Internacional de Unidades (SI).

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Aparato de destilación que consta de un matraz de destilación de un litro con un condensador Graham.
- 4.2 Espectrofotómetro para usarse a 455 nm con un paso de luz de 1 cm.
- 4.3 Embudo Buchner.
- 4.4 Papel filtro, Whatman No. 40.
- 4.5 Material común de laboratorio.
  - 4.5.1 Embudo de separación 1000 ml.
  - 4.5.2 Probeta 500 ml.
  - 4.5.3 Pipeta Graduada 10 ml.
  - 4.5.4 Matraz Erlenmeyer 125 ml.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega.	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	4 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fenoles</i>	Junio 2001	02	05-23

## 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Solución de sulfato de cobre pentahidratado. Disolver 100 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua y diluir a 1 litro en un matraz aforado.
- 5.2 Solución de ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ). Diluir 10 ml de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  al 85% con 9 ml de agua.
- 5.3 Solución de Hidróxido de Sodio 2.5N . Disolver 100 g de Hidróxido de Sodio en agua y aforar a 1 litro.
- 5.4 Solución de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). Disolver 50 g de cloruro de amonio en agua, diluir a 1 litro.
- 5.5 Solución de 4 aminoantipirina, disolver 2 g en agua y diluir a 100 ml.
- 5.6 Solución de ferricianuro de potasio  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ . Disolver 8 g de ferricianuro de potasio en 100 ml de agua destilada.
- 5.7 Solución madre de fenol. Disolver 1 g de fenol en agua y diluir a 1 litro.
- 5.8 Cloroformo ( $\text{CHCl}_3$ ) o éter etílico ( $\text{C}_2\text{H}_5$ )<sub>2</sub>O.
- 5.9 Solución Intermedia de Fenol. Diluir 10 ml de la solución madre en 1 litro de agua, 1 ml de esta solución equivale a 10  $\mu\text{g}$  de fenol. Preparar la solución el día que se va a utilizar.
- 5.10 Solución Patrón de Fenol. Diluir 50 ml de la solución intermedia de fenol en 500 ml de agua; 1 ml de esta solución equivale 1  $\mu\text{g}$  de fenol. La estabilidad de esta solución es de 2 horas.
- 5.11 Preparación de la Curva de calibración.

	VOL. SOL. INTERMEDIA DE FENOL	VOL. DE AGUA DESTILADA	CONCENTRACION EN mcg DE FENOL
B	0.00	250.0	0.00
1	1.00	249.0	10.00
2	2.00	248.0	20.00
3	3.00	247.0	30.00
4	4.00	246.0	40.00
5	5.00	245.0	50.00
6	6.00	244.0	60.00
7	7.00	243.0	70.00
8	8.00	242.0	80.00
9	9.00	241.0	90.00
10	10.00	240.0	100.00

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega. <i>E.M.</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>R.M.M.</i>	Junio 1999	3ª	5 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>A.A.C.M.</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fenoles</i>	Junio 2001	02	05-23

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Destilación de la muestra.

6.1.1 Tomar 500 ml de la muestra en un vaso, llevarla a un pH de 4 aproximadamente con la solución de ácido fosfórico usando indicador de anaranjado de metilo o un potenciómetro, agregar 5 ml de la solución de sulfato de cobre pentahidratado y transferirla al aparato de destilación. Correr un testigo usando agua y seguir el mismo procedimiento para la muestra.

6.1.2 Usar una probeta graduada para recibir el destilado.

6.1.3 Destilar 450 ml de la muestra, suspender la destilación y cuando la ebullición cese, esperar de 3 a 5 minutos, agregar 50 ml de agua caliente al matraz de destilación, continuar la destilación hasta que se hayan colectado un total de 500 ml en la probeta.

### 6.2 Tratamiento para destilados turbios.

6.2.1 Una sola destilación casi siempre es suficiente para la purificación de las muestras. Ocasionalmente el destilado es turbio, en este caso se vuelve a destilar la muestra.

6.2.2 Si el destilado continua turbio aún después de la segunda destilación, emplear el siguiente procedimiento.

6.2.3 Tomar 500 ml de la muestra en un vaso, agregar 4 gotas de indicador de anaranjado de metilo, acidificar con solución de ácido sulfúrico, y pasarla a un embudo de separación, agregar 150 g de cloruro de sodio hasta el vire del indicador.

6.2.4 Agregar 5 porciones de cloroformo y agitar después de cada adición: usando 40 ml en la primera y 25 ml en las 4 últimas.

6.2.5 Transferir la capa de cloroformo después de cada extracción a un segundo embudo y agregar 3 porciones de solución de hidróxido de sodio 2.5N, usando 4 ml en la primera y 3 ml en las dos últimas; agitar después de cada adición.

6.2.6 Mezclar los extractos alcalinos y calentar en baño maria hasta que el cloroformo sea removido totalmente, enfriar y diluir a 500 ml con agua. Destilar nuevamente.

### 6.3 Tratamiento de la muestra después de destilada.

6.3.1 Agregar 10 ml de solución de cloruro de amonio y ajustar el pH a  $10 \pm 0.2$  con hidróxido de sodio concentrado. Pasar a un embudo de separación de 1 litro, agregar 3 ml de la solución de 4 aminoantipirina, mezclar bien, agregar 3 ml de la solución de ferricianuro de potasio. Mezclar bien nuevamente y dejar que el color se desarrolle en 3 minutos. La solución debe estar transparente y ligeramente amarilla.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega. <i>EMV</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RMJA</i>	Junio 1999	3ª	6 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fenoles</i>	Junio 2001	02	05-23

6.3.2 Extraer inmediatamente con 25 ml de cloroformo; agitar el embudo de separación por lo menos 10 veces, dejar que el cloroformo se separe, agitar de nuevo 10 veces y dejar que el cloroformo se vuelva a separar.

6.3.3 Filtrar el extracto clorofórmico a través del papel filtro que contenga una capa de 5 g de sulfato de sodio anhidro, con el fin de eliminar humedad.

6.3.4 Colectar el extracto seco en celdas y medir la absorbancia a 455 nm, ajustando el aparato a cero con el testigo y leer en la curva de calibración.

## 7. Cálculos.

La concentración de fenoles en aguas se calcula de la siguiente manera:

$$F = \frac{A}{B}$$

Donde :

F = Concentración de fenoles, en mg/l.

A = Microgramos de fenol leídos en la curva de calibración.

B = Volumen de la muestra original, en ml.

## 8. Precauciones.

FENOL.- Manténgase bien cerrados y protegidos de la luz, no manejarse con las manos libres, utilizar guantes. La ingestión de pequeñas cantidades puede causar náuseas, vómito, colapso circulatorio, parálisis, convulsiones, algunas veces paro cardiaco.

El envenenamiento también puede ocurrir por absorción de la piel.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana MNX-AA-50, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1978.
- The Merck Index, Tenth Edition, Pág. 1043, Año 1983.
- Analytical Methods Manual Inland Waters Directorate Water Quality Branch, Ottawa Canadá, 1974.
- Methods for Chemical Analisis of Water and Wastewater, U.S. Environmental Protection Agency, Technology Transfer Washington, D.C. 1974.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega.	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	7 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fenoles</i>	Junio 2001	02	05-23

- Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, Water Pollution Control Federation, American Water Work Association, 14 th edition, Washington D.C., 1976.

**10. Observaciones a la Técnica Analítica.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero 	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	L.Q.I. Tomás Alvarado Miramar 	Junio 1999	4ª.	1 de 10
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez 	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>	Junio 2001	03	05-24

**Procedimiento para la Determinación de Metales  
(Método Espectrofotométrico de Absorción Atómica.  
Método Directo de Flama Aire-Acetileno).**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4ª	Página:	2 de 10
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-24
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez						
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>						

**Contenido**

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	3 de 10
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>	Junio 2001	03	05-24

**Procedimiento para la Determinación de Metales**  
**(Método Espectrofotométrico de Absorción Atómica. Método Directo de Flama Aire-Acetileno)**

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método espectrofotométrico de absorción atómica para la determinación de: Bario, Plomo, Cromo, Cobre, Níquel, Aluminio, Cadmio, Hierro, Manganeso, Plata, Calcio, Magnesio, Sodio y Zinc que se encuentran disueltos y suspendidos en aguas naturales y residuales.

NOTA: Los límites de detección depende de la sensibilidad del equipo.

### 2 Alcance.

Esta técnica es aplicable en la determinación de metales que se encuentren disueltos o suspendidos en muestras de agua potable superficiales o subterráneas, de desechos domésticos o industriales.

### 3. Referencias.

Esta técnica esta en concordancia con la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-51, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y materiales.

#### 4.1 Espectrofotómetro de absorción atómica.

Este consiste en una fuente luminosa que emite el espectro de líneas de un elemento (lámpara de cátodo hueco), un dispositivo para vaporizar la muestra (llama), medio de aislamiento de la línea de absorción (monocromador o filtro y rejilla ajustable) y un detector fotoeléctrico con su equipo electrónico de amplificación y medio asociado.

Verificación de la sensibilidad del espectrofotómetro de absorción atómica.

En un instrumento de absorción atómica, el sistema del quemador de premezcla, es probablemente el componente más importante; de él, esperamos que maneje microgramos de metales, con alta sensibilidad, reproducibilidad, y ausencia de memoria; para llevar a cabo esos propósitos, los siguientes puntos son importantes:

#### a) Limpieza del Nebulizador.

El nebulizador se tapa con frecuencia, cuando se aspiran soluciones con más de 5% de sólidos disueltos durante periodos largos de tiempo. Este efecto se acentuará, mientras mayor sea el contenido de sólidos disueltos en la mezcla.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4ª	Página:	4 de 10	
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-24	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>							

La acidez de la muestra puede afectar el rendimiento del nebulizador durante la atomización de la misma, por lo tanto; para muestras ácidas el nebulizador deberá ser de acero inoxidable y para mezclas concentradas de HCl-HNO<sub>3</sub> de Pt/Rh.

Recordar que los nebulizadores se desarmen fácilmente para inspección, limpieza y reposición de partes.

b) Ajuste del Nebulizador.

El ajuste del nebulizador es esencial para el mejor rendimiento del instrumento de absorción atómica. El ajuste deberá hacerse con un elemento fácil de analizar, no sensible a cambios de flama, y en el solvente que se va a usar en el análisis.

Afortunadamente, en la mayoría de los análisis por absorción atómica se hacen soluciones acuosas, de modo que para fines de prueba, podemos usar una solución de 5 µg/ml de cobre con agua.

Con un nebulizador de Pt/Rh ajustado correctamente, y la cabeza del quemador de 10 cm, el valor de absorbancia mínimo aceptable es 0.250 Unidades de Absorbancia (UA). Lecturas mayores a las cifras proporcionadas son aceptables. Soluciones orgánicas con baja viscosidad y buenas características de quemado (alcoholes, cetonas, ésteres, etc.) darán valores de sensibilidad mayores, que los correspondientes a soluciones acuosas. Por otro lado, soluciones con mayor viscosidad causarán una disminución de sensibilidad.

Todos los nebulizadores en buenas condiciones físicas deberán satisfacer fácilmente esas especificaciones para sensibilidad.

Es importante señalar que los nebulizadores que en el campo se les han cambiado algunas piezas, pueden no satisfacer esas especificaciones, debido a desalineación de las partes.

c) Limpieza del deflector y de la cámara del quemador.

Si la cámara del quemador está bien limpia, el líquido que fluye hasta el tubo de drenaje, debe verse como una corriente continua. Una descarga no uniforme, o de pulsos, es indicativa de una cámara de premezcla sucia. La cámara puede limpiarse de la siguiente manera:

- Aspirar 10 minutos, una solución de HNO<sub>3</sub> al 10 %.
- Desensamblar la cámara y secar el deflector de flujo, y limpiar usando un cepillo para tubos de ensaye y detergente.

Recordar que la cámara aún puede quedar un poco sucia, siendo necesario extremo cuidado en la limpieza, para no pelar el recubrimiento de la cámara o del deflector.

Si la cámara está sucia pueden presentarse los fenómenos siguientes:

- Pobre precisión analítica.
- Pobre exactitud.
- Memoria de muestras anteriores.

d) Limpieza de la cabeza del quemador.

Una cabeza de quemador que está sucia, puede presentar alguno de los siguientes síntomas:

- Una llama no uniforme, causada por bloqueo parcial de la ranura.
- Pobre precisión.
- Memoria de muestras anteriores.
- Retroceso de flama (flashback).

Para limpiar la cabeza del quemador: con la flama apagada, raspar la ranura con una laminita metálica, navaja de rasurar de un solo filo, etc, suponiendo que la laminita es de menor espesor que el ancho de la ranura. No usar navaja tipo Stanley Craft.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	5 de 10
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>	Junio 2001	03	05-24

Para cabezas de quemador de titanio, que presenten residuos resistentes a ser removidos por medios mecánicos, es posible sumergirlos en solución de  $\text{HNO}_3$  al 50 % y dejarlo reposar toda la noche.

**CUIDADO : ácido nítrico al 50 % es extremadamente corrosivo para la mayoría de los materiales, incluyendo para usted.**

e) Alineación del quemador.

Un quemador desalineado puede causar lo siguiente:

- Pobre sensibilidad.
- Pobre precisión.
- Aumento de interferencias analíticas, dando pobre exactitud.

**MEDIDAS CORRECTIVAS:** Alinear el quemador de acuerdo con los procedimientos indicados en el manual de instrucciones.

**Interferencias Químicas:** Por diferencia de viscosidad, tensión superficial, etc; entre la muestra y el estándar. Diferencia de solventes entre la muestra y el estándar, contenido en la muestra de grandes concentraciones de ácidos o sales disueltas.

**Ionización :** Cuando un átomo se ioniza porque la flama ocasiona temperaturas muy altas, se transforma en ion y este posee un máximo de absorción a diferente longitud de onda que el átomo, ocasionándose una disminución de los valores de absorbancia. Esto puede controlarse añadiendo a ambos, problemas y soluciones estándar, que contengan un elemento fácilmente ionizable.

**Espectrales :** Ocurren cuando una longitud de onda es absorbida por un elemento presente en la muestra, pero que no va a ser determinado y dicha longitud de onda cae dentro de las líneas de absorción del elemento por analizar. El uso de pequeños Slits o longitud de onda alternativas pueden solucionar este problema.

**Absorción de fondo:** Efectos combinados por la absorción de flama, absorción molecular y Light Scattering. La absorción de flama es significativa a bajas longitudes de onda menores de 250 y puede controlarse con el uso apropiado de combustible y oxidante, con la velocidad de flujo de éstos o bien usando el corrector de Deuterio. La absorción molecular puede ser controlada usando temperatura de flama muy altas para romper las especies moleculares que absorben.

**Sensibilidad :** Se refiere a la concentración en soluciones acuosas, las cuales deben generar una señal de 1 % de absorción (0.0044 UA). La sensibilidad varía de instrumento a instrumento, ya que es una función de la lámpara, cabeza del quemador y nebulizador empleado.

4.2 Quemador. El tipo más corriente consiste en una premezcla que introduce el chorro pulverizado en una cámara de condensación para eliminar las gotas. El quemador puede llevar un cuerpo convencional con una sola ranura; un cuerpo Boling que puede preferirse para una aspiración directa con llama aire-acetileno.

- a) **Estabilidad :** La absorción para una concentración dada debe permanecer constante. De preferencia chequeando diariamente.
- b) **Sensibilidad :** La absorción para una concentración dada debe ser alta.
- c) **Silencioso :** El quemador deberá ser audible e instrumentalmente silencioso y no deberá inducir parpadeo o desviación en las lecturas.

**Comisión del Agua del Estado de México****Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4ª	Página:	6 de 10	
Revisó:	L.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-24	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>							

- d) Habilidad para quemar soluciones concentradas: En muestras reales el límite de detección es a veces escogido por la concentración de soluciones que puedan ser tolerados por el quemador.
- e) Libertad de memoria: El contenido de una muestra no debe afectar el resultado de la siguiente.
- f) Libertad de ruido: No deberá haber absorción por la flama en sí, o deberá ser mínima, así como la solución blanco deberá estar libre del elemento en interés.
- g) Linealidad : Las curvas de trabajo de absorbancia contra concentración deberán ser lineales en el mayor rango posible.
- h) Versatilidad : Un gran número de elementos y tipos de muestras deberán manejarse con el mismo quemador.
- i) Velocidad de respuesta: Una absorción completa deberá establecerse rápidamente después de la introducción de la muestra.
- j) Emisión mínima: La emisión del quemador no debe producir error fotométrico. Algunas veces una emisión muy alta contribuirá al parpadeo del sistema porque la corriente del detector del fotomultiplicador aumenta en función de la cantidad de luz total que le llega. Una flama muy brillante tenderá a hacer fluctuar las lecturas.
- k) Otros requerimientos: Que sea fácil de limpiar, que esté libre de corrosión y que sea fácil de ajustar.

4.3 Lectura de salida. La mayoría de los instrumentos van equipados con un mecanismo de lectura de salida digital o indicador de cero.

4.4 Lámparas: Utilícese una lámpara de cátodo hueco o una lámpara de descarga sin electrodos (LDE). Las lámparas de cátodo hueco para varios elementos dan por lo general una menor sensibilidad que las lámparas de un sólo elemento. Producen emisión pasando una corriente eléctrica a través de un gas.

1) Vida de la lámpara: Según la marca- 6 meses o 500 hrs. Si al encender la lámpara la energía de la misma no es mayor de 25 mA, cámbiese por una que de mayor energía.

2) Cuando la lámpara está fallando, los efectos más comunes que se presentan son: reducción en la sensibilidad analítica y un incremento en la fluctuación de las lecturas. Si el instrumento se comporta de una manera adecuada para otros elementos, puede deducirse que esto se debe a la lámpara, particularmente si el problema ocurre después de que esta no ha sido usada por algún tiempo. Esto puede algunas veces remediarse operando la lámpara durante toda la noche con su corriente máxima

Lámparas de descarga sin electrodos: Producen emisión pasando una corriente eléctrica a través de un vapor compuesto por lo menos parcialmente del elemento en interés. Se recomiendan para Na, K, Cs, Rb, ya que son cien veces más brillante que las de cátodo hueco, lo que se traduce en límites de detección y precisión más altos.

Lámparas multielementos: La ventaja de estas lámparas radica que no es necesario calentarlas para cada elemento.

4.5 Válvulas reductoras de presión. Manténgase los suministros de combustible y oxidante a presiones algo más altas que la presión controlada de funcionamiento del instrumento empleando válvulas reductoras.

4.6 Tubo de ventilación. Colóquese un tubo de ventilación de aproximadamente 15 a 30 cm por encima del quemador para dejar salir los humos y vapores de la llama.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	7 de 10
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Plama Directa)</i>	Junio 2001	03	05-24

## 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Las soluciones preparadas para este análisis deben almacenarse en recipientes de polietileno.

- 5.1 Aire purificado y secado a través de un filtro apropiado que elimina aceite, agua y otras sustancias extrañas. La fuente puede ser un compresor o gas embotellado comercial.
- 5.2 Acetileno(C 2 H 2 ), calidad comercial estándar.
- 5.3 Agua libre de metales. Utilícese agua libre de metales para preparar todos los reactivos y como agua de dilución.
- 5.4 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub>, al 0.2 por 100.
- 5.5 Solución estándar certificada de: Bario, Plomo, Cromo, Cobre, Níquel, Aluminio, Cadmio, Hierro, Manganeso, Plata, Calcio, Magnesio, Sodio y Zinc.
- 5.6 Material común de laboratorio.

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Preservación.

La muestra se debe coleccionar en frascos de polietileno de acuerdo como se indica en la norma NMX-AA-3 "Aguas Residuales-Muestreo" y la NMX-AA-14 "Cuerpos Receptores-Muestreo" según sea el caso. En cualquier caso acidificar la muestra con ácido nítrico concentrado hasta un pH de 2 o menor. De ser posible, filtrar y acidificar la muestra en el momento de su extracción en el campo, dependiendo del tipo de análisis que se vaya a efectuar.

### 6.2 Pretratamiento de la muestra.

6.2.1 Las muestras que contienen partículas o materia orgánica requieren, en general, un tratamiento previo antes del análisis. Los "metales totales" incluyen todos los metales combinados orgánica e inorgánicamente, tanto disueltos como en partículas. Las muestras incoloras transparentes (principalmente agua potable) con una turbiedad de <1 UNT, inodoras y de una sola fase, pueden analizarse directamente por espectroscopía de absorción atómica.

6.2.2 El tratamiento de la muestra dependerá del tipo de metales que se van a determinar. Si se requiere metales totales extractables no se debe filtrar la muestra; si se desea determinar metales disueltos, la muestra se filtra a través de una membrana de 0.45 µm (previamente lavada con una solución de ácido nítrico 1+ 1).

6.2.3 En cualquier caso acidificar la muestra con ácido nítrico concentrado hasta un pH de 2 o menor. Algunas aguas contaminadas pueden requerir el uso adicional de ácido sulfúrico y/o perclórico para una digestión completa.

**NOTA:** Se recomienda analizar la muestra lo más rápidamente posible, de no ser así mantenerla en refrigeración a 278 °K ( 5°C).

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	8 de 10
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>	Junio 2001	03	05-24

6.3 Tratamiento de la muestra para el análisis de Metales Totales.

6.3.1 Mézclase la muestra y pásese un volumen adecuado de la misma (50 a 100 ml) a un vaso de precipitados de 250 ml. Añádanse 5 ml de ácido nítrico.

6.3.2 Llévase a ebullición lenta y evapórese sobre placa caliente hasta el menor volumen posible (aproximadamente 10 a 20 ml) antes de que tenga lugar una precipitación.

6.3.3 Continúese calentando y añadiendo el ácido nítrico concentrado necesario para completar la digestión. No dejar que la muestra se seque durante la digestión.

6.3.4 Recójanse con agua las paredes del vaso y fíltrese entonces si es necesario.

6.3.5 Pásese el filtrado a un matraz volumétrico de 100 ml junto con dos partes de agua de 5 ml, añadiendo este líquido de enjuagado al matraz volumétrico.

6.3.6 Enfríese, dilúyase hasta la señal y mézclase cuidadosamente.

6.3.7 Tómense porciones de esta solución para las determinaciones el metal requeridas.

6.4 Operación del Instrumento.

6.4.1 Instálese en el instrumento una lámpara de cátodo hueco para le metal deseado y establézcase el dial aproximado de longitudes de onda.

6.4.2 Fijese la anchura de la rendija siguiendo las sugerencias del fabricante.

6.4.3 Enciéndase el instrumento, aplíquese a la lámpara de cátodo hueco la corriente que aconseja el fabricante y déjese calentar el aparato hasta que se estabilice la fuente de energía, unos 10 a 20 minutos por lo general.

6.4.4 Reajústese la corriente después del calentamiento cuando sea necesario.

6.4.5 Optimícese la longitud de onda ajustando el dial de longitudes de onda hasta que se obtiene la ganancia óptima de energía.

6.4.6 Instálese una cabeza de quemador adecuada. Conéctese el acetileno, ajústese la velocidad de flujo al vapor especificado y enciéndase la llama.

6.4.7 Déjese estabilizar la llama unos cuantos minutos. Hágase aspirar un blanco integrado por agua desionizada o una solución ácida con la misma concentración de ácido de los patrones y las muestras.

6.4.8 Póngase a cero el instrumento. Hágase aspirar una solución patrón y ajústese la velocidad de aspiración del nebulizador para obtener la sensibilidad máxima.

6.4.9 Ajústese el quemador vertical y horizontalmente para obtener una respuesta máxima.

6.4.10 Hágase aspirar un blanco de nuevo y vuélvase a poner a cero el instrumento.

6.4.11 Hágase aspirar un patrón próximo al medio del intervalo lineal.

6.4.12 El aparato está listo para correr los estándares y las muestras. Cuando se termine de trabajar, extinguir la flama desconectando primero el acetileno y luego el aire.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	9 de 10
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>	Junio 2001	03	05-24

## 7. Cálculos.

- 7.1 Preparar una curva de calibración obtenida de las lecturas de los estándares (con un mínimo de tres estándares por curva).
- 7.2 Determinar el contenido del metal en la muestra, por medio de la curva de calibración dependiendo de la absorción espectral leída.
- 7.3 Determinación directa.

Cuando los valores de los metales se determinan en términos mg/l en la curva de calibración, calcular la concentración de la muestra mediante la siguiente expresión:

$$\text{mg/l de metal en la muestra} = \text{mg/l de metal leídos en la curva} \times D / 1000.$$

D (factor de dilución) = Volumen final total en ml / ml de muestra.

## 8. Precauciones.

- 8.1 Empléese equipo de seguridad, tales como guantes, lentes de seguridad, bata de algodón y zapatos antiderrapantes.
- 8.2 Consérvense las muestras inmediatamente después de la toma de muestras, acidulando con ácido nítrico concentrado a pH menor de 2. Filtrense las muestras para metales disueltos antes de guardarlas. Después de acidular la muestra, consérvase preferiblemente en un frigorífico a 4 grados centígrados para evitar un cambio de volumen ocasionado por la evaporación. En estas condiciones, las muestras con concentraciones de metal de varios miligramos por litro se mantienen estables a lo largo de un periodo de hasta seis meses (excepto el mercurio, cuyo límite es de cinco semanas). Tratándose de niveles de metal del orden de microgramos por litro, analícense las muestras lo antes posible después de tomadas.
- 8.3 Las muestras para el análisis de mercurio se conservarán añadiendo 2 ml/l de solución de dicromato de potasio al 20 por 100 (p/v) (preparada en ácido nítrico (1+1)). Se conservarán en un frigorífico no contaminado de mercurio. (NOTA: las concentraciones de mercurio pueden aumentar si se guardan en frascos de plástico en laboratorios contaminados de mercurio).
- 8.4 Evítese la introducción de metales contaminantes que procedan de los recipientes, el agua destilada o los filtros de membrana. Límpiense cuidadosamente los recipientes para muestras con una solución detergente no iónica libre de metales, enjuagar con agua del grifo, sumergir en ácido y enjuagar después con agua libre de metales. Para cuarzo, TFE o material de vidrio, utilícese ácido nítrico 1+1, o agua regia (3 partes de HCl conc. + 1 parte de ácido nítrico conc.) para la inmersión. Las condiciones adecuadas para la inmersión son 24 horas y 70 grados centígrados.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	10 de 10
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Metales Pesados (Flama Directa)</i>	Junio 2001	03	05-24

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-44, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México, 1981.
- Métodos Estándar para el Examen de Aguas y Aguas de Desecho, Editorial Interamericana, S.A., Undécima, México, 1963.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, APHA, AWWA, 17a., U.S.A., 1989.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	1 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cianuros</i>	Junio 2001	02	05-25

**Procedimiento para la Determinación de Cianuros.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	2 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cianuros</i>	Junio 2001	02	05-25

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	3 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cianuros</i>	Junio 2001	02	05-25

## Procedimiento para la Determinación de Cianuros

### 1. Objetivo.

Establecer el método colorimétrico para la determinación de cianuros en agua.

### 2. Alcance.

Aplicable a aguas naturales (superficiales y marinas) y a aguas residuales.

### 3. Referencias.

Este método se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas en vigor:

NOM-AA-3	Aguas Residuales - Muestreo.
NOM-AA-14	Cuerpos Receptores - Muestreo.
NOM-BB-14	Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en el laboratorio.
NOM-Z-1	Sistema General de Unidades de Medidas - Sistema Internacional de Unidades (SI).

### 4. Equipo y Materiales.

Equipo de destilación que consta de:

- 4.1 Matraz de destilación.
- 4.2 Refrigerante.
- 4.3 Depurador de gas.
- 4.4 Tubo de entrada.
- 4.5 Condensador.
- 4.6 Matraz Kitazato (Trampa de vacío).
- 4.7 Frascos Winkler.
- 4.8 Tubo Nessler.
- 4.9 Matraz aforado de 50 ml.
- 4.10 Probeta de 500 ml.
- 4.11 Pipeta graduada de 10 ml.
- 4.12 Pipeta volumétrica de 20 ml.
- 4.13 Pipeta volumétrica de 10 ml.
- 4.14 Pipeta volumétrica de 5 ml.
- 4.15 Pipeta volumétrica de 2 ml.
- 4.16 Espectrofotómetro.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	4 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cianuros</i>	Junio 2001	02	05-25

## 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Solución de Hidróxido de Sodio 0.05 N: Pesar 2 g de NaOH y diluir a 1000 ml.
- 5.2 Reactivo de piridina - ácido barbitúrico. Poner 15 g de ácido barbitúrico en un matraz volumétrico de 250 ml, añadir suficiente agua para humedecer las paredes del matraz y el ácido barbitúrico. Añadir 75 ml de piridina y mezclar, adicionar 15 ml de ácido clorhídrico concentrado, dejar enfriar a temperatura ambiente, aforar con agua, mezclando bien. Este reactivo es estable por un mes; desechar si se observa la formación de un precipitado.
- 5.3 Solución de Cloramina T. Disolver 1 g de Cloramina T en 100 ml de agua, preparar semanalmente y guardar en refrigeración.
- 5.4 Solución Buffer. Pesar 138 g de  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (Bifosfato de sodio monohidratado=Fosfato de sodio monobásico monohidratado) y diluir a 1000 ml en matraz volumétrico.
- 5.5 Solución de Cloruro de Magnesio. Se disuelven 51 g de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en 100 ml de agua destilada en un matraz aforado.
- 5.6 Solución de Hidróxido de Sodio 1N. Se disuelven 40 g de NaOH en 1 litro de agua destilada en un matraz aforado.
- 5.7 Solución Patrón de Cianuro. Disolver aproximadamente 2 g de KOH y 2.51 gr de KCN en 1 litro de agua (1 mg=1 ml).
- 5.8 Solución Estándar de Cianuro. Tomar 1 ml de la solución stock, cuya concentración es de 1 mg = 1 ml, guardada en el cuarto frío y diluirla con NaOH 0.05 N a 100ml, en un matraz volumétrico, esta concentración será de 1 ml = 10 mcg, de ésta última solución tomar 10 ml y diluir a 100 ml con NaOH 0.05 N. En un matraz volumétrico de 100 ml de esta solución tomar 0.5 ml y diluirla con NaOH 0.05 N. Proseguir igual que para las muestras.
- 5.9 Curva Estándar.

$\mu\text{g}$	VOL. SOL. PATRON	VOL. NaOH
0.0	0.00 ml	20.00 ml
0.2	0.20 ml	19.80 ml
0.4	0.40 ml	19.60 ml
0.6	0.60 ml	19.40 ml
0.8	0.80 ml	19.20 ml
1.0	1.00 ml	19.00 ml

## 6. Procedimiento.

- 6.1. Preservación de la muestra.
  - 6.1.1 A 500 ml de muestra agregar 0.5 g de arsenito de sodio o tiosulfato de sodio para eliminar agentes oxidantes como el cloro.
  - 6.1.2 Si la muestra contiene  $\text{S}^{2-}$  adicionar acetato de plomo o si esta cantidad de  $\text{S}^{2-}$  es muy grande agregar carbonato de plomo hasta que una tira de papel de acetato de plomo previamente humedecida con solución tampón de ácido acético pH4 no se oscurezca por la adición de muestra.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	5 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc..
Título:	<i>Determinación de Cianuros</i>	Junio 2001	02	05-25

6.1.3 Adicionar NaOH hasta pH 12 o 12:5 al momento de recarga la muestra y añadir 2 ml de solución de etilendiamina al 3.5% por cada 100 ml de muestra.

6.2 Eliminación de interferencia.

6.2.1 Por cada 100 ml de muestra adicionar 0.1 g de arsenito de sodio  $\text{NaAsO}_2$  o tiosulfato de sodio  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ; evitar el exceso de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

6.2.2 Adicionar acetato de plomo o carbonato de plomo en cantidad suficiente para eliminar los sulfuros  $\text{S}^{2-}$ . Esto puede observarse cuando en una tira de papel de acetato de plomo previamente humedecida con solución tampón de ácido acético se le agrega una gota de muestra y ésta no se oscurece.

6.2.3 Eliminar los ácidos grasos por extracción con hexano a una muestra previamente acidificada con ácido acético a pH 6 - 7. Úsese 100 ml de hexano por 500 ml de muestra se efectúa una sola extracción. Subir inmediatamente el pH con solución de NaOH a más de 12 para evitar la pérdida de HCN.

6.2.4 Utilizar Cal Hidratada para eliminar carbonatos y estabilizar la muestra. Añadir lentamente con agitación para elevar el pH a 12 - 12.5. Decantar la muestra después de la precipitación.

6.2.5 La destilación elimina interferencias menores que no afectan a los cianuros.

6.2.6 Para eliminar aldehidos estabilizar con NaOH en el momento de recoger la muestra y añadir 2 ml de solución de etilendiamina al 3.5% por cada 100 ml de muestra.

6.3 Destilación de la muestra.

6.3.1 Colocar 250 ml de muestra (que contenga no más de 100 ppm de CN) diluirla si es necesario (con agua destilada) a un matraz de destilación para cianuros (2 bocas).

6.3.2 Añadir 50 ml de solución de NaOH (IN) al lavador de gases y diluir si es necesario con agua destilada para obtener una profundidad adecuada de líquido en el absorbedor. Conectar el tren consistente en la entrada de aire, del matraz de destilación, el matraz de 2 bocas, condensador, lavador de gases, trampa de succión y aspirador. Ajustar la succión de modo que entre aproximadamente una burbuja de aire/seg. al matraz de ebullición. Este flujo de aire acarreará el HCN del matraz al absorbedor y normalmente evitará la inversión del flujo de HCN a través de la entrada de aire. Si este flujo de aire no evita la inversión del flujo en el tubo de entrada del destilador, incrementarlo a 2 burbujas de aire por segundo. Observar la velocidad del flujo de aire en el absorbedor, dado que el nivel del líquido no debe aumentar más de 6.5 mm - 10 mm mantener el flujo de aire durante toda la reacción.

6.3.3 Adicionar 12.5 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (ácido sulfúrico concentrado) a través del tubo de entrada de aire. Enjuagar el tubo con agua y permitir que el aire mezcle el contenido del matraz durante 3 minutos. Añadir 10 ml del cloruro de magnesio y enjuagar el tubo de entrada con agua destilada, puede formarse un precipitado que se disolverá al calentar.

6.3.4 Calentar a una temperatura de 90 - 94°C. El nivel de reflujo adecuado es de 20 gotas por minuto. El tiempo de destilado empezará a contar a partir de la primera gota de reflujo, este tiempo será de por lo menos 1 hora. Dejar enfriar, este ocurre aproximadamente 1 ½ horas después de que se apaga la parrilla de calentamiento. Es necesario mantener el flujo de agua y la succión de aire durante el enfriamiento. Enjuagar el tubo conector entre el condensador y el lavador de gases con agua, destilada y diluir a 250 ml en una probeta de 250 ml. Trasvasar el contenido de la probeta a un frasco Winkler y guardar a 4°C.

Desarrollo de color.

Ajustar el fotómetro a cero de absorbancia cada vez que se use un blanco consistente en la solución de NaOH y todos los reactivos. Tomar una porción del líquido absorbedor, de modo que la concentración de CN este



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	3ª	6 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Cianuros</i>	Junio 2001	02	05-25

dentro del ámbito cuantificable, y diluir a 20 ml con solución de NaOH, colocar esta porción en un matraz volumétrico de 50 ml. Añadir 4 ml de buffer de fosfato y mezclar vigorosamente. Añadir 2 ml de solución de cloramina-T y agitar para mezclar, inmediatamente añadir 5 ml de la solución de piridina-ácido barbitúrico y agitar, levemente. Aforar con agua, mezclar por inversión. Antes de que transcurran 15 minutos a partir del momento en que se añade el reactivo de piridina-ácido barbitúrico. Aún dentro del período de 8 a 15 minutos puede haber diferencias en el valor de absorbancia. Para minimizar las variaciones.

Estandarizar el tiempo par todas las lecturas utilizando la curva de calibración y la ecuación, determinar la concentración de CN en la muestra original.

### 7. Cálculos.

$$\text{CN, ug/ml} = \frac{A \times B}{C \times D}$$

En donde:

A = Peso del CN obtenido a partir de la curva de calibración, en  $\mu\text{g}$  (50 ml de volumen final).

B = Volumen total de la solución absorbadora de la destilación, en ml.

C = Volumen de la muestra original utilizada en la destilación, en ml.

D = Volumen de la solución absorbadora empleada en la determinación colorimétrica, en ml.

### 8. Precauciones.

8.1 El Cloruro de Cianógeno es un gas tóxico; evítese su inhalación.

8.2 Tener cuidado al manejar las muestras de cianuro, debido a su toxicidad. Llevar a cabo el análisis bajo campana u otra área ventilada. Utilizar guantes, goggles, mascarilla de seguridad. Evítese el contacto, inhalación o ingestión.

### 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-58, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México, 1981.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 15 Th edition, APHA, AWWA, WPCF, Washington D.C., 1980.

### 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	3ª.	1 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AACM</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fluoruros</i>	Junio 2001	02	05-26

**Procedimiento para la Determinación de Fluoruros.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	3ª	2 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fluoruros</i>	Junio 2001	02	05-26

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
- 9.- Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>YSC</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	3ª	3 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AA</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fluoruros</i>	Junio 2001	02	05-26

## Procedimiento para la Determinación de Fluoruros

### 1. Objetivo.

Describir el procedimiento del método colorimétrico del SPADNS, para determinar la concentración de fluoruros en el agua.

### 2. Alcance.

El método es aplicable a muestras directas en un ámbito de 0.05 a 1.4 mg/l pudiéndose ampliar por medio de diluciones. Este método colorimétrico se emplea para aguas potables, naturales y residuales con algunas restricciones.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NOM-AA-77-1982 "Análisis de Agua. Determinación de Fluoruros".

### 4. Equipo y Materiales.

Equipo de destilación consistente de:

- 4.1 Matraz de destilación de 1 litro de capacidad de fondo redondo y cuello largo hecho de vidrio de borosilicato con entrada 24/40.
- 4.2 Adaptador de dos salidas 24/40.
- 4.3 Termómetro adaptado al matraz de destilación con lecturas hasta 473 °K (200 °C).
- 4.4 Tubo de conexión con entradas 24/40.
- 4.5 Mantilla de calentamiento.
- 4.6 Condensador de capacidad especificada en el procedimiento.
- 4.7 Matraz esmerilado de 300 ml.
- 4.8 Espectrofotómetro para usarse en 570 nm provisto de un paso de luz de un centímetro como mínimo.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada.

Reactivos para la destilación preliminar.

- 5.1 Ácido Sulfúrico, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, concentrado.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	4 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fluoruros</i>	Junio 2001	02	05-26

- 5.2 Sulfato de Plata,  $Ag_2SO_4$ , cristales.
- 5.3 Reactivos para el desarrollo del método.
- 5.4 Solución madre de Fluoruros.- Disolver 221.0 mg de fluoruro de sodio anhidro (NaF) en agua y diluir a 1000 ml.  
1.0 ml de esta solución equivale a 100  $\mu$ gF.
- 5.5 Solución patrón de Fluoruro de Sodio.- Diluir 100 ml de la solución madre de fluoruros a 1000 ml, con agua.  
1.0 ml de esta solución equivale a 10.0  $\mu$ gF.
- 5.6 Solución de SPADNS.- Disolver 958 mg de SPADNS, sal de sodio 2 (para sulfofenilazo) 1,8 dihidroxi-3,6 naftalen disulfonato, también llamado sal trisódica de 4,5 - dihidroxi 3 - (parasulfafenilazo) - 2,7 naftalendisulfónico ácido, en agua y diluir a 500 ml. Esta solución es estable por tiempo indefinido si se le protege de la luz del sol
- 5.7 Reactivo de ácido circonilo.- Disolver 133 mg de cloruro de circonilo octahidratado (  $ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$  ) en aproximadamente 25 mililitros de agua.  
- Agregar 350 mililitros de ácido clorhídrico concentrado y diluir a 500 ml con agua
- 5.8 Reactivo de ácido circonilo - SPANDS.- Mezclar volúmenes iguales de solución de SPANDS y reactivo de ácido circonilo.
- 5.9 Solución de referencia.- Tomar 10 ml de solución de SPANDS y agregar a 100 ml de agua. Tomar 7 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir a 10 ml con agua. Agregar la solución diluida de SPANDS.
- 5.10 Solución de arsenito de sodio (  $NaAsO_2$  ).- Disolver 5.0 g de arsenito de sodio en agua y diluir a 1 litro.

## 6. Procedimiento.

- 6.1 Destilación preliminar.
  - La turbiedad y el color presentes en las muestras, sobre todo en aguas residuales impiden el desarrollo y medición del color.
  - Siempre que una sustancia interferente cause un error de 0.1 mg/l la muestra debe ser sometida a una destilación previa al desarrollo del color.
- 6.2 Principio.
  - El fluoruro se separa por destilación, como ácido fluosilícico, de los otros constituyentes de las aguas, disolviendo la muestra en ácido de mayor punto de ebullición.
  - La muestra se hierva en una mezcla de ácido sulfúrico, que convierte el fluoruro en un ácido fluosilícico volátil, la sílice de este compuesto se obtiene de las perlas de vidrio colocadas en el matraz o de éste mismo.
  - Al liberar el ácido fluosilícico volátil, en la forma de vapor, se condensa y recoge en un matraz volumétrico.
  - Colocar 400 ml de agua en el matraz de destilación.
  - Agregar con mucho cuidado 200 ml de ácido sulfúrico concentrado y agitar rotando el matraz hasta que el contenido esté homogéneo.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	3ª.	5 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AAC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fluoruros</i>	Junio 2001	02	05-26

- Agregar de 25 a 35 perlas de vidrio y conectar al equipo.
- Iniciar el calentamiento, primero lentamente y después tan rápidamente como la eficiencia del condensador lo permita. El destilado debe salir siempre frío. Continuar el calentamiento hasta alcanzar una temperatura de 180 °C (453°K).
- Suspender el calentamiento y desechar el destilado. Este proceso elimina contaminaciones por fluoruro en el aparato o el ácido y ajusta la relación ácido-agua para posteriores destilaciones.
- Dejar enfriar la mezcla ácida remanente en el matraz de destilación a 120 °C o menos y agregar 300 ml de la muestra, homogeneizar perfectamente y destilar hasta alcanzar una temperatura de 180 °C. No calentar nunca a más de 180 °C.

NOTA : Cuando se trata de muestras con alto contenido de cloruros, agregar 5 mg de sulfato de plata (Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) por mg de cloruro.

- Es posible usar la solución de ácido sulfúrico en el matraz de destilación repetidas ocasiones, verificando su eficiencia periódicamente mediante destilación de patrones de fluoruros. Después de destilar muestras con alto contenido de fluoruros o de largos periodos de inactividad, lavar destilando 300 ml de agua. Desechar cuando el destilado empiece a presentar interferencias o la recuperación de fluoruros no sea satisfactoria.

### 6.3 Curva de Calibración.

- Preparar una serie de patrones de fluoruros por dilución de los siguientes volúmenes de solución estándar a 50 ml con agua.

ml de solución patrón	µg de F	mg/L
0 -----	0 -----	0.0
1 -----	10 -----	0.2
2 -----	20 -----	0.4
3 -----	30 -----	0.6
4 -----	40 -----	0.8
5 -----	50 -----	1.0
6 -----	60 -----	1.2
7 -----	70 -----	1.4

- Transferir con pipetas 10 ml del reactivo ácido circonilo-SPADNS a cada patrón y mezclar bien.
- Colocar el "cero" o/línea base de absorbancia del aparato con la solución de referencia y leer inmediatamente a 570 nm con un paso de luz de 1 cm como mínimo.

### 6.4 Desarrollo de Color.

- La concentración de fluoruros en la muestra se cuantifica mediante la reacción que se lleva a cabo entre estos y los iones circonio del reactivo colorido de SPADNS-ácido circonilo, disociando una porción de éste en un anión complejo incoloro (ZrF<sub>6</sub><sup>-</sup>).
- La decoloración producida por los iones flúor, es proporcional a la concentración de éstos y adecuada para mediciones espectrofotométricas.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	6 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fluoruros</i>	Junio 2001	02	05-26

- En la velocidad de reacción entre los iones flúor y los iones circonio, influyen principalmente la acidez de la mezcla de reacción, por lo que si se mantiene la reacción en un medio ácido, esta se verifica casi instantáneamente. La reacción que se efectúa es la siguiente:



- Los iones circonio reaccionan con el reactivo de SPADNS, produciendo un complejo aún más estable ( $\text{ZrF}_6^{4-}$ ), que produce a su vez una disminución en la intensidad del color, lo cual es proporcional a la cantidad de fluoruros; es decir, a mayor concentración de fluoruros mayor disminución en la intensidad del color.

### 6.5 Análisis de las muestras.

- Tomar 50 ml de muestra o una alícuota diluida a 50 ml con agua; puede ser muestra directa, muestra tratada ( ver. 8.10 ) ó muestra destilada (ver 6.1), según sea el caso.
- Continuar con el procedimiento del mismo modo que para la curva de calibración a partir del inciso 6.2.2.

### 7. Cálculos.

Determinar el contenido de fluoruros en las muestras leyendo en la curva de calibración las concentraciones correspondientes a las absorbancias y aplicando la siguiente fórmula:

$$\text{mg/l de F} = A/B$$

Donde :

A= Contenido de F leído en la curva de calibración, en µg.

B= Volumen de muestra tomado para el análisis, en ml.

### 8. Precauciones.

- Los tapones y uniones deben estar bien ajustados para evitar pérdidas por escapes de vapor que contienen fluoruro motivando un error en la medición del fluoruro del destilado.
- La temperatura de destilación no debe de exceder nunca de los 180°C por que el sobrecalentamiento hace que los sulfatos pasen a la siguiente etapa, lo cual puede interferir seriamente con la determinación subsecuente del fluoruro.
- Es recomendable hacer una prueba cuantitativa, tanto del sulfato como del fluoruro, para comprobar tanto el aparato como la técnica.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Junio 1999	3ª.	7 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AAC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Fluoruros</i>	Junio 2001	02	05-26

- Se deben observar las características esenciales en el diseño del aparato de destilación. Los puntos críticos a los que se debe atender son aquellos que afectan a la recuperación del fluoruro, como obstrucciones en el paso de vapor y taponamiento por el líquido en el adaptador o el refrigerante.
- El bulbo del termómetro debe estar siempre sumergido. Cuando desciende el nivel del líquido del matraz y queda expuesto el bulbo del termómetro, se producirán errores en las lecturas de la temperatura.
- El sulfato de plata inhibe la volatilización del ácido fluosilícico, que puede interferir con la determinación posterior del fluoruro, cuando se utilizan ciertos reactivos.
- La recuperación del fluoruro es completa sólo si se recogen cuando menos 100 ml de destilado, a la temperatura óptima (180°C).
- La velocidad de destilación debe mantenerse entre 5 y 10 ml por minuto, a una velocidad más baja que los 5 ml por minuto, se evitará la recuperación total del fluoruro.
- Se debe hacer especial hincapié en el riesgo del arrastre del sulfato, cuando esto no se debe al diseño defectuoso del aparato, se puede atribuir a menudo a temperaturas superiores a 180°C o al sobrecalentamiento del vapor, cuando se usa mechero.
- Interferencias.

Las interferencias pueden ser producidas por componentes químicos que se utilizan en las plantas de tratamiento de agua para coagulación (sales de aluminio) o desinfección (cloro).

El cloro residual causa interferencia, por lo que debe ser eliminado totalmente de la muestra mediante una solución de arsenito de sodio (NaAsO<sub>2</sub>). Si la muestra contiene cloro residual, agregar una gota ( 0.05 ) ml de solución de Arsenito de sodio por cada 0.1 mg de cloro y mezclar bien. Los cloruros en cantidades mayores de 7000 mg/l causan errores positivos, por ello deben ser removidos antes de proceder al desarrollo del color. Los errores negativos son debidos a concentraciones mayores de 10 mg/l de hierro (Fe<sup>3+</sup>), 0.1 mg/l de aluminio (Al<sup>3+</sup>) y 5000 mg/l de alcalinidad como carbonato de calcio (CaCO<sub>3</sub>). Cuando la alcalinidad sea la única interferencia significativa, neutralizar la muestra con ácido clorhídrico o ácido nítrico de concentración adecuada.

La turbiedad y el color presentes en las muestras, sobre todo en aguas residuales, impiden el desarrollo y medición del color.

El color y la turbidez pueden compensarse en todos los instrumentos; pero la forma más segura de manejarlos es destilar la muestra para eliminarlos (Ver Tabla No. 1).

El análisis de fluoruro requiere la mayor exactitud posible. Las cantidades de este compuesto que casi siempre se encuentran en el agua, son tan pequeñas que un error que normalmente se tolera en otros métodos, produciría uno considerablemente mayor en porcentaje en el análisis de fluoruro.

Los errores más comunes pueden evitarse tomando las siguientes precauciones:

- El reactivo debe medirse con toda exactitud.
- Deben dominarse perfectamente las técnicas de pipeteado.

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>			
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>			
	Elaboró:	Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Junio 1999
	Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>TAM</i>	Edición:	3ª
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>ACM</i>	Vigencia:	Junio 2001	
Título:	<b>Determinación de Fluoruros</b>		Revisión:	02
			No. de Doc.:	05-26

Todos los métodos tienen un límite superior bien definido para detectar el fluoruro con exactitud. Cuando el nivel de fluoruro en una muestra se acerca a este límite, debe diluirse para que quede dentro del mismo. El tiempo requerido para la reacción y la temperatura a la que se registra, deben observarse y controlarse con sumo cuidado.

**Tabla No. 1**  
**Concentración de algunas sustancias que producen error**  
**de 0.1 mg/l en el método del SPADNS**

Sustancia	Concentración (mg/l)	Tipo de Error
Alcalinidad (CaCO <sub>3</sub> )	5000	Negativo
Aluminio (Al <sup>3+</sup> )	0.1 *	Negativo
Cloruro (Cl <sup>-</sup> )	7000	Positivo
Cloro		Eliminar con Arsenito de Sodio
Color y Turbidez		Eliminar o Compensar
Hierro	10	Negativo
Hexametafosfato (NaPO <sub>3</sub> ) <sub>6</sub>	1.0	Positivo
Fosfato (PO <sub>4</sub> ) <sup>3-</sup>	1.6	Positivo
Sulfato (SO <sub>4</sub> ) <sup>2-</sup>	200	Negativo

\* En lectura inmediata. La tolerancia aumenta con el tiempo después de 2 horas, 3.0; después de 4 horas, 30.0.

**9. Bibliografía.**

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-77, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México, 1982.
- Standard Methods for the Examination of the Water and Wastewater (1989), American Public Health Association.
- Química Inorgánica Avanzada (1980), Cotton y Wilkinson, Ed. Limusa, México.
- Manual del Agua, su Naturaleza, Tratamiento y Aplicación (1983), Frank N. Kemmer, Jhon McCallion, Editorial Mc Graw - Hill, México.
- Fluoración del Agua Potable (1974), Franz J. Maier, Editorial Limusa, México.

**10. Observaciones a la Técnica Analítica.**



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento de Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	1 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Conductividad Eléctrica</i>	Junio 2001	02	05-27

**Procedimiento para la Determinación de la  
Conductividad Eléctrica.**

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	2 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Conductividad Eléctrica</i>	Junio 2001	02	05-27

## CONTENIDO

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	3 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Conductividad Eléctrica</i>	Junio 2001	02	05-27

## Procedimiento para la Determinación de la Conductividad Eléctrica

### 1. Objetivo.

Establecer el método de rutina para la determinación de la Conductividad Eléctrica en agua.

### 2. Alcance.

Este método es aplicable para la determinación de Conductividad Eléctrica en agua potable, natural, tratada, residual y salina.

### 3. Referencias.

Este método esta basado en la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-93.

### 4. Equipo y Materiales.

4.1 Medidor de conductividad (conductímetro YSI Modelo 3S, Serie 90K021088).

Emplear un instrumento capaz de medir la conductividad con un error que no exceda de  $10 \mu\text{S}/\text{cm}$  para conductividades mayores de  $100 \mu\text{S}/\text{cm}$  y de  $1 \mu\text{S}/\text{cm}$  para conductividades menores de  $100 \mu\text{S}/\text{cm}$ .

4.2 Termómetro graduado (Pocket Thermometer Range  $-15^{\circ}\text{C}$  to  $105^{\circ}\text{C}$ , división  $1^{\circ}\text{C}$ ).

4.3 Celda de conductividad (YSI 3418  $K=0.1/\text{cm}$   $K=10/\text{mm}$  ABS Plastic  $6\frac{1}{4}'' \times \frac{1}{2}'' \times \frac{3}{8}'' \times 1\frac{3}{16}''$ ).

4.4 Material común de laboratorio, como son vasos de precipitado.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse como agua destilada.

- Agua Desmineralizada.
- Solución Patrón de Cloruro de Potasio 0.01 N.

5.1 Preparación de Reactivos.

5.2 Preparación de agua desmineralizada.

Pasar agua destilada a través de un lecho mixto (resina catiónica fuerte, aniónica fuerte) o preparado con volúmenes iguales de cada resina dispuestos en una columna de vidrio de manera tal que ocupen un volumen equivalente a un diámetro de 2.5 cm y una altura de 30.5 cm. Descartar los primeros 1000 ml. La conductividad del agua debe ser menor de un microsiemens por centímetro ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ).

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Q.F.B. David Pacheco Rodríguez	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	4 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de la Conductividad Eléctrica</i>	Junio 2001	02	05-27

5.3 Preparación de la Solución Patrón de Cloruro de Potasio 0.01 N.

Disolver en agua desmineralizada 745.6 mg de cloruro de potasio anhidro y aforar a 1000 ml. La solución debe tener una conductividad de 1413  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a 25 °C. Guardar en botella de vidrio de silicato de boro.

6. Procedimiento.

6.1 Enjuagar la celda varias veces con la muestra. Cuando el equipo no cuente con compensador de temperatura, anotar la temperatura del volumen de la muestra que se va a medir.

6.2 Sumergir cuidadosamente los electrodos en un vaso de precipitados o probeta con un volumen suficiente de la muestra de agua.

NOTA : Seguir las instrucciones del fabricante para la manipulación del instrumento y la determinación de la resistencia o conductividad según sea el caso.

6.3 Realizar 2 o más determinaciones hasta obtener lecturas similares.

7. Cálculos.

Multiplicar el valor obtenido en microsiemens / cm por el valor de la constante de celda.

8. Precauciones.

8.1 Cuando se trate de agua residual, manéjese con más cuidado, además de usar guantes, mascarilla y lentes de seguridad.

8.2 Enjuagar con agua desionizada la celda entre cada medición, cuando las muestras contengan materiales que no causen daño a la misma. Cuando se realicen mediciones de muestras que contengan aceites, vaselinas o grasas, los electrodos suelen cubrirse de estos materiales, entonces lave bien los electrodos con detergentes fuertes, con agua caliente o bien con solución de HCl (1 :1), dependiendo del grado de limpieza que requiera, finalmente enjuague con agua desionizada.

9. Bibliografía.

- Norma oficial Mexicana NMX-AA-07, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México, 1984.
- APHA, WEF, AWWA, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 18 th Edition, Washington, 1992 pp. 76-80.

10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	1 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Método de Hidruros)</i>	Junio 2001	03	05-28

**Procedimiento para la Determinación de Metales Pesados  
(Método de Hidruros).**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	2 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Método de Hidruros)</i>	Junio 2001	03	05-28

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	3 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Método de Hidruros)</i>	Junio 2001	03	05-28

**Procedimiento para la Determinación de Metales Pesados  
(Método de Hidruros)**

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método espectrofotométrico de absorción atómica para la determinación de: Selenio, Arsénico y Mercurio que se encuentran disueltos y suspendidos en aguas naturales y residuales.

**NOTA: Los límites de detección depende de la sensibilidad del equipo.**

### 2. Alcance.

Esta técnica es aplicable en la determinación de metales que se encuentren disueltos o suspendidos en muestras de agua potable superficiales o subterráneas, de desechos domésticos o industriales.

### 3. Referencias.

Esta técnica está en concordancia con la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-51, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

#### 4.1 Espectrofotómetro de absorción atómica.

Este consiste en una fuente luminosa que emite el espectro de líneas de un elemento (lámpara de cátodo hueco), un dispositivo para vaporizar la muestra (llama), medio de aislamiento de la línea de absorción (monocromador o filtro y rejilla ajustable) y un detector fotoeléctrico con su equipo electrónico de amplificación y medio asociado.

4.2 Quemador. El tipo más corriente consiste en una premezcla que introduce el chorro pulverizado en una cámara de condensación para eliminar las gotas. El quemador puede llevar un cuerpo convencional con una sola ranura; un cuerpo Boling que puede preferirse para una aspiración directa con llama aire-acetileno.

4.3 Lectura de salida. La mayoría de los instrumentos van equipados con un mecanismo de lectura de salida digital o indicador de cero.

4.4 Lámparas. Utilícese una lámpara de cátodo hueco o una lámpara de descarga sin electrodos (LDE). Las lámparas de cátodo hueco para varios elementos dan por lo general una menor sensibilidad que las lámparas de un sólo elemento.

4.5 Válvulas reductoras de presión. Manténgase los suministros de combustible y oxidante a presiones algo más altas que la presión controlada de funcionamiento del instrumento empleando válvulas reductoras.

4.6 Tubo de ventilación. Colóquese un tubo de ventilación de aproximadamente 15 a 30 cm por encima del quemador para dejar salir los humos y vapores de la llama.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	4 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Método de Hidruros)</i>	Junio 2001	03	05-28

4.7 Generador continuo de hidruros. La unidad básica está compuesta de dos partes: una bomba peristáltica de precisión, utilizada para medir y mezclar reactivos y soluciones de muestras, y el separador gas-líquido. En el separador gas-líquido, un flujo constante de argón arrastra el hidrógeno y los gases de hidruros metálicos formados en la reacción y los lleva a la celda de absorción de cuarzo calentada y soportada por una abrazadera metálica montada en la parte de encima de la cabeza del quemador de aire-acetileno regular. El líquido gastado sale del separador y fluye a través de un drenaje lateral de nivel constante, a un cubo de residuos.

## 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Las soluciones preparadas para este análisis deben almacenarse en recipientes de polietileno.

- 5.1 Aire, purificado y secado a través de un filtro apropiado que elimina aceite, agua y otras sustancias extrañas. La fuente puede ser un compresor o gas embotellado comercial.
- 5.2 Acetileno ( $C_2H_2$ ), calidad comercial estándar
- 5.3 Gas argón grado alta pureza o grado cromatográfico.
- 5.4 Agua libre de metales. Utilícese agua libre de metales para preparar todos los reactivos y como agua de dilución.
- 5.5 Ácido nítrico,  $HNO_3$ , al 10 por 100.
- 5.6 Reactivo de borohidruro: disuélvase 0.2 g de borohidruro de sodio y 0.5 g de hidróxido de sodio en 100 ml de agua. Precaución: el borohidruro es tóxico, inflamable y corrosivo.
- 5.7 Solución de permanganato de potasio: Disuélvase 50 g de permanganato de potasio en agua y dilúyase hasta 1 l.
- 5.8 Solución de persulfato de potasio: Disuélvase 50 g de persulfato de potasio en agua y dilúyase hasta 1 l.
- 5.9 Solución de cloruro de hidroxilamina: Disuélvase 120 g de cloruro de sodio y 120 g de sulfato de hidroxilamina en agua y dilúyase hasta 1 l. El sulfato de hidroxilamina puede ser sustituido por solución al 10 por 100 de cloruro de hidroxilamina.
- 5.10 Solución de cloruro estanoso: Disuélvase 100 g de cloruro estanoso en agua que contenga 200 ml de ácido clorhídrico conc. y dilúyase hasta 1. Esta solución se descompone al envejecer. Si forma suspensión, agítase continuamente el reactivo durante su uso.
- 5.11 Solución estándar certificada de: Selenio, arsénico y mercurio.
- 5.12 Ácido sulfúrico concentrado.
- 5.13 Material común de laboratorio.

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Preservación.

La muestra se debe coleccionar en frascos de polietileno de acuerdo como se indica en la norma NOM-AA-3 "Aguas Residuales-Muestreo" y la NOM-AA-14 "Cuerpos Receptores-Muestreo" según sea el caso. En cualquier caso acidificar la muestra con ácido nítrico concentrado hasta un pH de 2 o menor. De ser



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	5 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc..
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Método de Hidruros)</i>	Junio 2001	03	05-28

posible, filtrar y acidificar la muestra en el momento de su extracción en el campo, dependiendo del tipo de análisis que se vaya a efectuar.

## 6.2 Pretratamiento de la muestra para selenio y arsénico.

6.2.1 Las muestras que contienen partículas o materia orgánica requieren, en general, un tratamiento previo antes del análisis. Los "metales totales" incluyen todos los metales combinados orgánica e inorgánicamente, tanto disueltos como en partículas. Las muestras incoloras transparentes (principalmente agua potable) con una turbidez <1 UNT, inodoras y de una sola fase, pueden analizarse directamente por espectroscopia de absorción atómica.

6.2.2 El tratamiento de la muestra dependerá del tipo de metales que se van a determinar. Si se requiere metales totales extractables no se debe filtrar la muestra; si se desea determinar metales disueltos, la muestra se filtra a través de una membrana de 0.45  $\mu\text{m}$  (previamente lavada con una solución de ácido nítrico 1+1).

6.2.3 En cualquier caso acidificar la muestra con ácido nítrico concentrado hasta un pH de 2 o menor. Algunas aguas contaminadas pueden requerir el uso adicional de ácido sulfúrico y/o perclórico para una digestión completa.

**NOTA: Se recomienda analizar la muestra lo más rápidamente posible, de no ser así mantenerla en refrigeración a 278 °K ( 5°C).**

## 6.3 Tratamiento de las muestras para selenio y arsénico.

6.3.1 Mézclese la muestra y pásese un volumen adecuado de la misma (50 a 100 ml) a un vaso de precipitados de 250 ml. Añádanse 5 ml de ácido nítrico.

6.3.2 Llévase a ebullición lenta y evapórese sobre placa caliente hasta el menor volumen posible (aproximadamente 10 a 20 ml) antes de que tenga lugar una precipitación.

6.3.3 Continúese calentando y añadiendo el ácido nítrico conc. necesario para completar la digestión. No dejar que la muestra se seque durante la digestión.

6.3.4 Recójense con agua las paredes del vaso y filtrese entonces si es necesario.

6.3.5 Pásese el filtrado a un matraz volumétrico de 100 ml junto con dos partes de agua de 5 ml, añadiendo este líquido de enjuagado al matraz volumétrico.

6.3.6 Enfríese, dilúyase hasta la señal y mézclese cuidadosamente.

6.3.7 Tómense porciones de esta solución para las determinaciones del metal requeridas.

## 6.4 Tratamiento para mercurio.

6.4.1 En matraces Erlenmeyer de 250 ml, colocar 100 ml de muestra.

6.4.2 A cada matraz añadir 5 ml de ácido sulfúrico conc. y 2.5 ml de ácido nítrico conc.

6.4.3 A cada matraz añadir 15 ml de solución de permanganato de potasio y dejar reposar por 15 min.

6.4.4 A cada matraz añadir 8 ml de solución de persulfato de potasio y calentar por 2 hrs. en un baño maría a temperatura de ebullición.

6.4.5 Enfriar a la temperatura ambiente, añadir 6 ml de solución de sulfato de hidroxilamina-cloruro de sodio para reducir el permanganato en exceso.

6.4.6 Tratar cada matraz individual, e introducirle el capilar de absorción de muestra del equipo.

6.4.7 Tratar a los estándares de la misma forma.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	6 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Método de Hidruros)</i>	Junio 2001	03	05-28

### 6.5 Operación del instrumento.

Debido a las diferencias entre las diversas formas y modelos de espectrofotómetros de absorción atómica, no es posible formular instrucciones aplicables a cada instrumento. En general se procede de la siguiente manera:

- 6.5.1 Instálase en el instrumento una lámpara de cátodo hueco para el metal deseado y establézcase el dial aproximado de longitudes de onda.
- 6.5.2 Fijese la anchura de la rendija siguiendo las sugerencias del fabricante.
- 6.5.3 Enciéndase el instrumento, aplíquese a la lámpara de cátodo hueco la corriente que aconseja el fabricante y déjese calentar el aparato hasta que se estabilice la fuente de energía, unos 10 a 20 minutos por lo general.
- 6.5.4 Reajústese la corriente después del calentamiento cuando sea necesario.
- 6.5.5 Optimícese la longitud de onda ajustando el dial de longitudes de onda hasta que se obtiene la ganancia óptima de energía.
- 6.5.6 Instálase una cabeza de quemador adecuada. Conéctese el acetileno, ajústese la velocidad de flujo al vapor especificado y enciéndase la llama.
- 6.5.7 Coloque la celda de reacción en la parte superior de la cabeza del quemador.
- 6.5.8 Aliníese la celda al 100 % de transmitancia ó 0 % de absorbancia.
- 6.5.9 Ábrase el flujo del gas de arrastre ( Argón).
- 6.5.10 Colóquense las soluciones de borohidruro de sodio y ácido clorhídrico en los recipientes respectivos.
- 6.5.11 Hágase aspirar un blanco integrado por agua desionizada o una solución ácida con la misma concentración de ácido de los patrones y las muestras.
- 6.5.12 Póngase a cero el instrumento.
- 6.5.13 El aparato está listo para correr los estándares y las muestras. Cuando se termine de trabajar, extinguir la flama desconectando primero el acetileno y luego el aire.

### 7. Cálculos.

- 7.1 Preparar una curva de calibración obtenida de las lecturas de los estándares (con un mínimo de tres estándares por curva).
- 7.2 Determinar el contenido del metal en la muestra, por medio de la curva de calibración dependiendo de la absorción espectral leída.
- 7.3 Determinación directa  
Cuando los valores de los metales se determinan en términos mg/l en la curva de calibración, calcular la concentración de la muestra mediante la siguiente expresión:

$$\text{mg/l de metal en la muestra} = \text{mg/l de metal leídos en la curva} \times D / 1000$$

D (factor de dilución) = Volumen final total en ml/ ml de muestra.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	7 de 7
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Método de Hidruros)</i>	Junio 2001	03	05-28

## 8. Precauciones

- 8.1 Empléese equipo de seguridad, tales como guantes, lentes de seguridad, bata de algodón y zapatos antiderrapantes.
- 8.2 Consérvense las muestras inmediatamente después de la toma de muestras, acidulando con ácido nítrico concentrado a pH menor de 2. Filtrense las muestras para metales disueltos antes de guardarlas. Después de acidular la muestra, consérvase preferiblemente en un frigorífico a 4 grados centígrados para evitar un cambio de volumen ocasionado por la evaporación. En estas condiciones, las muestras con concentraciones de metal de varios miligramos por litro se mantienen estables a lo largo de un período de hasta seis meses (excepto el mercurio, cuyo límite es de cinco semanas). Tratándose de niveles de metal del orden de microgramos por litro, analícense las muestras lo antes posible después de tomadas.
- 8.3 Las muestras para el análisis de mercurio se conservarán añadiendo 2 ml/l de solución de dicromato de potasio al 20 por 100 (p/v) (preparada en ácido nítrico 1+1). Se conservarán en un frigorífico no contaminado de mercurio. (NOTA: las concentraciones de mercurio pueden aumentar si se guardan en frascos de plástico en laboratorios contaminados de mercurio).
- 8.4 Evítese la introducción de metales contaminantes que procedan de los recipientes, el agua destilada o los filtros de membrana. Límpiense cuidadosamente los recipientes para muestras con una solución detergente no iónica libre de metales, enjuagar con agua del grifo, sumergir en ácido y enjuagar después con agua libre de metales. Para cuarzo, TFE o material de vidrio, utilícese ácido nítrico 1+1, o agua regia (3 partes de HCl conc. + 1 parte de ácido nítrico conc.) para la inmersión. Las condiciones adecuadas para la inmersión son 24 horas y 70 grados centígrados.

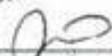
## 9. Bibliografía

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-44, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México, 1981.
- Métodos Estándar para el Examen de Aguas y Aguas de Desecho, Editorial Interamericana, S.A., Undécima, México, 1963.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wasterwater, APHA, AWWA, 17a., U.S.A., 1989.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero. 	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar 	Junio 1999	4ª.	1 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez. 	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

**Procedimiento para la Determinación de Metales Pesados  
(Método de Horno de Grafito).**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero. 	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar 	Junio 1999	4ª	2 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez. 	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. -Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero. <i>[Signature]</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar <i>[Signature]</i>	Junio 1999	4ª.	3 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez. <i>[Signature]</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

**Procedimiento para la Determinación de Metales Pesados (Método de Horno de Grafito)**

**1. Objetivo.**

Esta técnica establece el método espectrofotométrico de absorción atómica para la determinación de: Bario, Plomo, Cromo, Selenio, Arsénico, Aluminio, Cadmio, que se encuentran disueltos y suspendidos en aguas naturales y residuales.

NOTA: Los límites de detección depende de la sensibilidad del equipo.

**2. Alcance.**

Esta técnica es aplicable en la determinación de metales que se encuentren disueltos o suspendidos en muestras de agua potable superficiales o subterráneas, de desechos domésticos o industriales.

**3. Referencias.**

Esta técnica está en concordancia con la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-51, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

**4. Equipo y Materiales.**

4.1 Espectrofotómetro de absorción atómica.

4.2 Este consiste en una fuente luminosa que emite el espectro de líneas de un elemento (lámpara de cátodo hueco), un dispositivo para vaporizar la muestra (corriente eléctrica), medio de aislamiento de la línea de absorción (monocromador o filtro y rejilla ajustable) y un detector fotoeléctrico con su equipo electrónico de amplificación y medio asociado.

4.3 Horno de grafito. Empleése un dispositivo calentado con circuitos electrónicos de control diseñado para conducir un tubo o cubilete de grafito a través de un programa de calentamiento que proporcione suficiente energía térmica para atomizar los elementos que interesan.

Tubos de grafito. Empleése tubos del tipo pirolíticos.

Rendimiento de los tubos de grafito para el Horno de Grafito:

Se han investigado diferentes materiales para su uso en atomizadores electrotérmicos, pero no han sido tan satisfactorios, como el uso de tubos de grafito pirolítico. El material del tubo tiene ciertas propiedades que aseguran una buena sensibilidad y reproducibilidad en los resultados. Los requerimientos que debe tener el tubo son los siguientes:

- Baja Porosidad.
- Inerte.
- Bajos niveles de impurezas.
- Buena conductividad electrotérmica y térmica.
- Alta rigidez.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero.	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	4 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez.	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

- Alto punto de fusión.
- Costo razonable.
- Buen manejo.
- Baja expansión térmica.

El grafito responde bien para estos criterios, pero pueden existir problemas químicos y con la porosidad.

El recubrimiento pirolítico del tubo previene de filtraciones de la muestra, y también reduce el riesgo de formación de carbonos, un problema que se presenta a menudo con los elementos refractarios.

El recubrimiento, tiene un espesor de 30 micrometros, que es aplicado con una descomposición térmica de hidrocarburos de bajo peso molecular como el metano (en un estado de vaporización).

La oxidación del carbono es probablemente el mayor obstáculo reconocido de los tubos de grafito. Una vez calentado a altas temperaturas, los óxidos de carbono son formados enseguida creando en el tubo una vida menor. Para prevenir este efecto se utilizan comúnmente dos tipos de gases inertes, argón y nitrógeno para crear un efecto de blindaje alrededor de los componentes de carbono. El último es más comúnmente utilizado porque es de más bajo costo, pero los componentes de nitratos pueden formarse con algunos elementos (por ejemplo: B, Ba, V). Y el argón puede ser utilizado con estos elementos.

La vida del tubo también depende de la naturaleza de la matriz, y la temperatura de atomización empleada. Utilizando altas temperaturas de atomización se produce una mayor susceptibilidad del tubo a la oxidación. Similarmente el empleo de soluciones ácidas (por ejemplo: ácido perclórico, ácido fluorhídrico u agentes oxidantes entre la muestra) causará deterioro de la superficie.

### Temperaturas óptimas de incineración y atomización

Elemento	Temp. máx. de incineración (°C)	Temp. atomización (°C)	Respuesta Típica con 20 µl	Long. de onda (nm)	Slit (nm)	Corriente de lámpara
Al	1400	2500	20	309.3	0.5	10
As	800	2300	25	193.7	1.0	8
Ba	1400	2500	45	553.6	0.2	15
Cd	300	1800	1.0	228.8	0.5	3
Cr	1100	2500	5.5	357.9	0.2	6
Cu	800	2300	10	324.7	0.5	4
Pb	400	2000	9	217	1.0	4
Zn	400	1800	0.8	213.9	0.5	5



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero.	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	5 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez.	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

- 4.4 Lectura de salida. La mayoría de los instrumentos van equipados con un mecanismo de lectura de salida digital o indicadora de cero.
- 4.5 Lámparas. Utilícese una lámpara de cátodo hueco o una lámpara de descarga sin electrodos (LDE). Las lámparas de cátodo hueco para varios elementos dan por lo general una menor sensibilidad que las lámparas de un sólo elemento. Producen emisión pasando una corriente eléctrica a través de un gas.
- 1) Vida de la lámpara: Según la marca- 6 meses o 500 hrs. Si al encender la lámpara la energía de la misma no es mayor de 25 mA, cámbiese por una que dé mayor energía.
  - 2) Cuando la lámpara está fallando, los efectos más comunes que se presentan son: reducción en la sensibilidad analítica y un incremento en la fluctuación de las lecturas. Si el instrumento se comporta de una manera adecuada para otros elementos, puede deducirse que esto se debe a la lámpara, particularmente si el problema ocurre después de que ésta no ha sido usada por algún tiempo. Esto puede algunas veces remediarse operando la lámpara durante toda la noche con su corriente máxima.  
Lámparas de descarga sin electrodos: Producen emisión pasando una corriente eléctrica a través de un vapor compuesto por lo menos parcialmente del elemento en interés. Se recomiendan para Na, K, Cs, Rb, ya que son cien veces más brillante que las de cátodo hueco, lo que se traduce en límites de detección y precisión más altos.  
Lámparas multielementos: La ventaja de estas lámparas radica que no es necesario calentarlas para cada elemento.
- 4.6 Válvulas reductoras de presión. Manténgase los suministros de gas de arrastre inerte a presiones algo más altas que la presión controlada de funcionamiento del instrumento, empleando válvulas reductoras.
- 4.7 Tubo de ventilación. Colóquese un tubo de ventilación de aproximadamente 15 a 30 cm por encima del quemador para dejar salir los humos y vapores de la llama.
- 4.8 Suministro de agua de refrigeración. Refrigérese con agua del grifo fluyendo entre 1 y 4 l/minuto o utilícese un dispositivo refrigerador recirculante.

## 5. Soluciones y reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Las soluciones preparadas para este análisis deben almacenarse en recipientes de polietileno.

- 5.1 Gas argón grado alta pureza o cromatográfico.
- 5.2 Agua libre de metales. Utilícese agua libre de metales para preparar todos los reactivos y como agua de dilución.
- 5.3 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub>, al 0.2 por 100.
- 5.4 Solución estándar certificada de: Bario, Plomo, Cromo, Selenio, Arsénico y Aluminio.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero.	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	6 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez.	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

## 5.6 Material común de laboratorio.

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Preservación.

La muestra se debe coleccionar en frascos de polietileno de acuerdo como se indica en la norma NOM-AA-3 "Aguas Residuales-Muestreo" y la NOM-AA-14 "Cuerpos Receptores-Muestreo" según sea el caso. En cualquier caso acidificar la muestra con ácido nítrico concentrado hasta un pH de 2 o menor. De ser posible, filtrar y acidificar la muestra en el momento de su extracción en el campo, dependiendo del tipo de análisis que se vaya a efectuar.

### 6.2 Pretratamiento de la muestra.

6.2.1 Las muestras que contienen partículas o materia orgánica requieren, en general, un tratamiento previo antes del análisis. Los "metales totales" incluyen todos los metales combinados orgánica e inorgánicamente, tanto disueltos como en partículas. Las muestras incoloras transparentes (principalmente agua potable) con una turbiedad <1 UNT, inodoras y de una sola fase, pueden analizarse directamente por espectroscopía de absorción atómica.

6.2.2 El tratamiento de la muestra dependerá del tipo de metales que se van a determinar. Si se requiere metales totales extractables no se debe filtrar la muestra; si se desea determinar metales disueltos, la muestra se filtra a través de una membrana de 0.45 µm (previamente lavada con una solución de ácido nítrico 1+1).

6.2.3 En cualquier caso acidificar la muestra con ácido nítrico concentrado hasta un pH de 2 o menor. Algunas aguas contaminadas pueden requerir el uso adicional de ácido sulfúrico y/o perclórico para una digestión completa.

**NOTA: Se recomienda analizar la muestra lo más rápidamente posible, de no ser así mantenerla en refrigeración a 278 °K ( 5°C)**

### 6.3 Tratamiento de la muestra para el análisis de metales totales.

6.3.1 Mézclase la muestra y pásese un volumen adecuado de la misma (50 a 100 ml) a un vaso de precipitados de 250 ml. Añádase 5 ml de ácido nítrico.

6.3.2 Llévase a ebullición lenta y evapórese sobre placa caliente hasta el menor volumen posible (aproximadamente 10 a 20 ml) antes de que tenga lugar una precipitación.

6.3.3 Continúese calentando y añadiendo el ácido nítrico conc. necesario para completar la digestión. No dejar que la muestra se seque durante la digestión.

6.3.4 Recójense con agua las paredes del vaso y fíltrese entonces si es necesario

6.3.5 Pásese el filtrado a un matraz volumétrico de 100 ml junto con dos partes de agua de 5 ml, añadiendo este líquido de enjuagado al matraz volumétrico.

**Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	7 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

6.3.6 Enfríese, dilúyase hasta la señal y mézclese cuidadosamente.

6.3.7 Tómense porciones de esta solución para las determinaciones del metal requeridas

6.4 Operación del instrumento.

Debido a las diferencias entre las diversas formas y modelos de espectrofotómetros de absorción atómica, no es posible formular instrucciones aplicables a cada instrumento. En general se procede de la siguiente manera:

6.4.1 Instálese en el instrumento una lámpara de cátodo hueco para el metal deseado y establézcase el dial aproximado de longitudes de onda.

6.4.2 Fíjese la anchura de la rendija siguiendo las sugerencias del fabricante.

6.4.3 Enciéndase el instrumento, aplíquese a la lámpara de cátodo hueco la corriente que aconseja el fabricante y déjese calentar el aparato hasta que se estabilice la fuente de energía, unos 10 a 20 minutos por lo general.

6.4.4 Reajústese la corriente después del calentamiento cuando sea necesario.

6.4.5 Optimícese la longitud de onda ajustando el dial de longitudes de onda hasta que se obtiene la ganancia óptima de energía.

6.4.6 Móntese y aliníese el dispositivo del horno siguiendo las indicaciones del fabricante. Selecciónese un flujo apropiado de gas inerte o de protección.

6.4.7 Hágase correr un blanco electrónico sin muestra hasta lograr la estabilización del instrumento.

6.4.8 Inyéctese una porción adecuada de agua acidulada como blanco de reactivos (matriz) y póngase a cero el instrumento. Repetir hasta lograr una reproducibilidad en las lecturas. Añádase también una concentración igual de modificador de la matriz (en caso de que lo requiera el análisis de la muestra).

6.4.9 Inyéctese una porción adecuada de cada solución patrón, y modificador de matriz con objeto de aumentar la concentración. Analícese cada solución patrón por triplicado para comprobar la precisión del método.

6.4.10 El aparato está listo para correr las muestras. Cuando se termine de trabajar, apagar el equipo, cerrar el gas de arrastre y la válvula del agua.

## 7. Cálculos.

7.1 Preparar una curva de calibración obtenida de las lecturas de los estándares (con un mínimo de tres estándares por curva).

7.2 Determinar el contenido del metal en la muestra, por medio de la curva de calibración dependiendo de la absorción espectral leída.

7.3 Determinación directa.

Cuando los valores de los metales se determinan en términos mg/l en la curva de calibración, calcular la concentración de la muestra mediante la siguiente expresión:

$$\text{mg/l de metal en la muestra} = \text{mg/l de metal leídos en la curva} \times D / 1000.$$

$$D (\text{factor de dilución}) = \text{Volumen final total en ml} / \text{ml de muestra}.$$



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Q.F.B. Eduardo Camacho Guerrero. 	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar 	Junio 1999	4ª	8 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez. 	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Metales Pesados (Mét. de Horno de Grafito)</i>	Junio 2001	03	05-29

## 8. Precauciones.

8.1 Empléese equipo de seguridad, tales como guantes, lentes de seguridad, bata de algodón y zapatos antiderrapantes.

8.2 Consérvense las muestras inmediatamente después de la toma de muestras, acidulando con ácido nítrico concentrado a pH menor de 2. Fíltrense las muestras para metales disueltos antes de guardarlas. Después de acidular la muestra, consérvense preferiblemente en un frigorífico a 4 grados centígrados para evitar un cambio de volumen ocasionado por la evaporación. En estas condiciones, las muestras con concentraciones de metal de varios miligramos por litro se mantienen estables a lo largo de un período de hasta seis meses (excepto el mercurio, cuyo límite es de cinco semanas). Tratándose de niveles de metal del orden de microgramos por litro, analícense las muestras lo antes posible después de tomadas.

8.3 Las muestras para el análisis de mercurio se conservarán añadiendo 2 ml/l de solución de dicromato de potasio al 20 por 100 (p/v) (preparada en ácido nítrico 1+1). Se conservarán en un frigorífico no contaminado de mercurio. (NOTA: las concentraciones de mercurio pueden aumentar si se guardan en frascos de plástico en laboratorios contaminados de mercurio).

8.4 Evítese la introducción de metales contaminantes que procedan de los recipientes, el agua destilada o los filtros de membrana. Límpiense cuidadosamente los recipientes para muestras con una solución detergente no iónica libre de metales, enjuagar con agua del grifo, sumergir en ácido y enjuagar después con agua libre de metales. Para cuarzo, TFE o material de vidrio, utilícese ácido nítrico 1+1, o agua regia (3 partes de HCl conc. + 1 parte de ácido nítrico conc.) para la inmersión. Las condiciones adecuadas para la inmersión son 24 horas y 70 grados centígrados.

## 9. Bibliografía

- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-44, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México, 1981.
- Métodos Estándar para el Examen de Aguas y Aguas de Desccho, Editorial Interamericana, S.A., Undécima, México, 1963.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wasterwater, APHA, AWWA, 17a., U.S.A., 1989.

## 10. Observación a la Técnica Analítica.



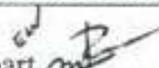
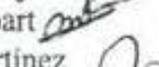
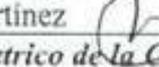
Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª.	1 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Boro (Mét. Colorimétrico de la Curcumina)</i>	Junio 2001	01	05-30

**Procedimiento para la Determinación de Boro  
(Método Colorimétrico de la Curcumina).**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega 	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart 	Junio 1999	2ª.	2 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez 	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Boro (Mét. Colorimétrico de la Cárcumina)</i>	Junio 2001	01	05-30

## Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. -Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	3 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Boro (Mét. Colorimétrico de la Curcumina)</i>	Junio 2001	01	05-30

**Procedimiento para la Determinación de Boro  
(Método Colorimétrico de la Curcumina)**

## 1. Objetivo.

Establecer el método potenciométrico para determinar Boro en agua.

## 2. Alcance.

Este método es aplicable en aguas naturales y residuales, en un intervalo de concentración de 0.1 a 1.0 mg/l, éste ámbito se puede ampliar mediante dilución o concentración de la muestra.

## 2. Referencias.

Este método se complementa con las Normas Oficiales Mexicanas en vigor siguientes:

- 3.1 NOM-AA-3 "Aguas Residuales - Muestreo".
- 3.2 NOM-AA-14 "Cuerpos Receptores - Muestreo".
- 3.3 NOM-BB-14 "Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorio".
- 3.4 NOM-2-1 "Sistema General de Unidades de Medida - Sistema (SI) de Unidades".

## 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Espectrofotómetro, para usarse en 540 nm con un trayecto de luz de 1 cm como mínimo.
- 4.2 Cápsulas de porcelana de 200/94.
- 4.3 Pipeta Volumétrica de 1 ml.
- 4.4 Baño maría, ajustado a  $55^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .
- 4.5 Matraces aforados de 25 ml de capacidad.
- 4.6 Pipeta graduada de 10 ml.

## 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Reactivo de Curcumina.  
Disolver 0.04 g de Curcumina y 5.0 g de ácido oxálico en alcohol etílico al 95%, adicionar 4.2 ml de HCl concentrado, llevar a 100 ml con alcohol etílico al 95% en un matraz volumétrico de 100 ml y filtrar si es necesario.
- 5.2 Alcohol Etílico al 95 %.  
Tomar 95 ml de etanol absoluto y 5 ml de agua destilada.
- 5.3 Solución patrón de Boro.  
Disolver 0.5716 g de ácido bórico anhidro en agua destilada y diluir a 1 litro.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª.	4 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Boro (Mét. Colorimétrico de la Curcumina)</i>	Junio 2001	01	05-30

#### 5.4 Solución Standard de Boro.

Tomar 1.0 ml de la solución Stock cuya concentración es  $1 \text{ ml} = 100 \mu\text{g}$  y diluirlo a 100 ml en un matraz volumétrico con agua destilada y aforar. La concentración de esta solución es  $1 \text{ ml} = 1 \mu\text{g}$ . Tomar 0.4 ml de esta solución y 0.6 ml de agua y tratar como las muestras.

#### 5.5 Preparación de la curva de calibración.

Se pipetea 0.00 (testigo), 0.25, 0.50, 0.75 y 1.00  $\mu\text{g}$  de Boro a cápsulas de evaporación del mismo tipo, tamaño y forma. A cada una se le agregan 4 ml de reactivo de Curcumina - Acido Oxálico y se agita suavemente la cápsula para mezclar perfectamente su contenido. Se colocan las cápsulas flotando en el agua del baño maría ajustado a  $55^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  y se deja evaporar su contenido a completa sequedad (aproximadamente 1 hora 20 minutos para su total sequedad). Retirar las cápsulas del baño maría y se enfrían a temperatura ambiente. A cada cápsula se adicionan 10.0 ml de alcohol etílico al 95 %, el contenido de cada cápsula se vierte a un matraz aforado de 25 ml, usando alcohol etílico al 95 %, aforar con alcohol etílico al 95 % y se mezcla cuidadosamente por inversión del matraz. Leer las transmitancias y absorbancias de los patrones y de las muestras a una longitud de onda de 540 nm. Después de ajustar el testigo de reactivo al 100 % de transmitancia ó 0 de absorbancia. La curva de calibración es lineal de 0.00 a 1.00  $\mu\text{g}$  de Boro. Las lecturas fotométricas se deben verificar dentro de la hora siguiente al secado de las muestras.

VOLUMEN	SOL. ESTANDAR	VOL. AGUA DESTILADA	CONCENTRACION $\mu\text{g}$ DE BORO
B	0.00 ml	1.00 ml	0.00 $\mu\text{g}$
1	0.25 ml	0.75 ml	0.25 $\mu\text{g}$
2	0.50 ml	0.50 ml	0.50 $\mu\text{g}$
3	0.75 ml	0.25 ml	0.75 $\mu\text{g}$
4	1.00 ml	0.00 ml	1.00 $\mu\text{g}$

### 6. Procedimiento.

6.1 Para aguas que contengan 0.10 - 1 mg/l de Boro, se usa 1.00 ml de muestra.

6.2 Para aguas que contengan más de 1.00 mg/l de boro, se hace una dilución apropiada, con agua exenta de boro, para que la porción alícuota de 1.00 ml contenga, aproximadamente 0.50  $\mu\text{g}$  de boro.

6.3 Se pipetea 1.00 ml de la muestra o de la dilución a una cápsula de evaporación.

6.4 A no ser que la curva de calibración se determine al mismo tiempo, se prepara un testigo y un patrón que contenga 0.50  $\mu\text{g}$  de boro, que se someten al procedimiento analítico al mismo tiempo que el problema.

6.5 Se adiciona 1.00 ml de agua destilada para el blanco en una cápsula de evaporación, 1.00 ml de muestra a cada cápsula de evaporación del mismo tipo, tamaño y forma, a cada una se le adicionan 4.0 ml del reactivo de curcumina - ácido oxálico y se agita suavemente la cápsula para mezclar perfectamente su contenido. Se colocan las cápsulas flotando en el agua del baño maría ajustado a  $55^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  y se deja evaporar su contenido a completa sequedad (aproximadamente 1 hora, 20 minutos para su total sequedad).

6.6 Retirar las cápsulas del baño maría y se enfrían a temperatura ambiente.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª.	5 de 5
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Boro (Mét. Colorimétrico de la Curcumina)</i>	Junio 2001	01	05-30

6.7 Posteriormente a cada cápsula se adicionan 10 ml de alcohol etílico al 95% y el contenido de cada cápsula se vierte a un matraz aforado de 25 ml, usando alcohol etílico al 95%. Aforar con alcohol etílico al 95%, mezclar cuidadosamente por inversión del matraz. Leer transmitancia y absorbancia de los patrones y muestras a una longitud de onda de 540 nm.

### 7. Cálculos.

$$B = \frac{A}{B_1}$$

Donde:

- B= Concentración de Boro, en mg/l.
- A= Microgramos de Boro leídos en la curva de calibración.
- B<sub>1</sub>= Volumen de la muestra original, ml.

### 8. Precauciones.

- 8.1 Para tener éxito en la determinación, se debe llevar un control riguroso de variables, tales como volumen y concentración de los reactivos, lo mismo que del tiempo y de la temperatura de secado. Las cápsulas de evaporación deben ser idénticas en forma, tamaño y composición, para que se obtenga igual tiempo de evaporación. Un aumento en el tiempo de evaporación conduce a una intensificación del color resultante.
- 8.2 Al utilizar el HCl concentrado, es necesario utilizar lentes de seguridad y guantes de neopreno, viton o hule butílico, nunca de PVA o polietileno, en lugares bien ventilados, no deben usarse lentes de contacto cuando se utilice este producto.

### 9. Bibliografía.

- Lenga, R.E., The Sigma -Aldrich Library of Chemical Safety data, 2ª. Edición, Sigma Aldrich Co., E.U, 1988.
- Methods for Chemical Analysis of Water and Wastewater, U.S Enviromental Protection Agency, Technology Tansfer Washington, D.C.
- Norma Oficial Mexicana NMX-AA-17, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	1 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc..
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

## Procedimiento para la Determinación de Nitrógeno de Nitritos

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	2 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

### Contenido

1. Objetivo
2. Alcance
3. Referencias
4. Equipo y Materiales
5. Soluciones y Reactivos
6. Procedimiento
7. Cálculos
8. Precauciones
9. Bibliografía
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>				
	<b>Departamento del Laboratorio del Agua</b>				
	Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
	Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	3 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:	
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31	

## Procedimiento para la Determinación de Nitrógeno de Nitritos

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método espectrofotométrico para la determinación de Nitritos en agua potable, cruda, residual y marina.

### 2. Alcance.

Es aplicable para la determinación del contenido de nitritos, expresado como nitrógeno, hasta 0.250 mg/L usando un volumen de muestras de 40 ml. Muestras de concentración mayor no obedecen la ley de Lambert y Beer por lo que deben ser diluidas para su análisis. El límite de detección del método es de 0.001 mg/L cuando no existen interferencias.

### 3. Referencias.

La presente técnica está en concordancia con la Norma Oficial Mexicana NOM-AA-99-1987, "Protección al Ambiente - Calidad del Agua - Determinación de Nitrógeno de Nitritos en Agua", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

Material común de laboratorio además de:

- 4.1- Tubos de Nessler de 50 ml con tapón o matraces volumétricos de 50 ml.
- 4.2 Papel filtro de poro medio.
- 4.3 Espectrofotómetro o fotocolorímetro con filtro para leer a 543 nm, con celdas de paso de luz de 1, 2 o 10 cm.
- 4.4 Potenciómetro.
- 4.5 Filtro de fibra de vidrio.

### 5. Soluciones y Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación; cuando se hable de agua debe entenderse como agua destilada libre de nitritos o de pureza equivalente.

- 5.1 Reactivos para pretratamiento de la muestra:



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	4 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

5.1.1 Hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) concentrado (29% m/m;  $d= 0.90$  g/ml)

5.1.2 Suspensión clarificadora de hidróxido de aluminio: Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio [ $\text{Al K}(\text{SO}_4)_2 12\text{H}_2\text{O}$ ] o de sulfato de aluminio y amonio [ $\text{Al NH}_4(\text{SO}_4)_2 12\text{H}_2\text{O}$ ] en 1000 ml agua. Calentar a  $333^\circ\text{K}$  ( $60^\circ\text{C}$ ) y adicionar 55 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado (5.1.1), lentamente con agitación, dejar que la mezcla repose 3 horas y decantar. Lavar el precipitado con adiciones sucesivas de agua destilada con mezclado manual y decantación hasta que se encuentre libre de olores amoniacales. Descartar la mayor cantidad posible de agua y almacenar la suspensión concentrada, en un frasco herméticamente cerrado.

5.1.3 Solución de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1N.: Diluir 30 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado (96-98% m/m  $d= 1.835$  g/ml) y aforar a 1000 ml con agua.

5.1.4 Solución hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 1N.: Pesar 40 g de  $\text{NaOH}$ ; disolverlo y aforar a 1000 ml con agua.

5.1.5 Solución de fenolftaleína. : Disolver 0.5 g de sal de fenolftaleína en 50 ml de alcohol etílico o isopropílico al 95% y aforar a 100 ml con agua.

5.2 Reactivos para desarrollo de color:

5.2.1 Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) concentrado (37% m/m  $d= 1.19$  g/ml).

5.2.2 Solución de sulfanilamida ( $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ ); 4 aminobencensulfonamida: Disolver 5.0 g de sulfanilamida en una mezcla de 50 ml de  $\text{HCl}$  (5.2.1) y 300 ml de agua, aforar a 500 ml, con agua. La solución es estable por varios meses.

5.2.3 Solución de dihidrocloruro de N-(1-naftil) etilendiamina ( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH-CH}_2\text{NH}_2 2\text{HCl}$ ); NEDA.

PRECAUCION: Este reactivo es tóxico. Debe evitarse su ingestión o contacto con la piel.

Disolver 500 mg de NEDA y aforar a 500 ml con agua; almacenar en frasco ámbar y poner en refrigeración a  $277^\circ\text{K}$  ( $4^\circ\text{C}$ ). Renovar la solución mensualmente o si aparece un color café intenso.

5.3 Reactivos para la valoración de soluciones:

5.3.1 Acido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado (96-98% m/m  $d= 1.835$  g/ml).

5.3.2 Solución de oxalato de sodio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) 0.05 N.: Secar aproximadamente 6 g de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  a  $378^\circ\text{K}$  ( $105^\circ\text{C}$ ) por lo menos 1 hora; pesar 3.35 g, disolver y aforar a 1000 ml con agua.

5.3.3 Solución de permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ) 0.05 N.: Disolver 1.60 g de  $\text{KMnO}_4$  y aforar a 1000 ml con agua; almacenarlo en frasco ámbar.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	5 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitratos</i>	Junio 2001	03	05-31

Valoración de la solución :

Medir 25 ml de la solución de oxalato de sodio (5.3.2), agregar 10 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5.3.1), calentar a 353°K (80°C) titular con la solución de KMnO<sub>4</sub> hasta la obtención de un color rosa tenue estable por 30 segundos.

Calcular la concentración de KMnO<sub>4</sub> (N<sub>1</sub>) con la siguiente ecuación:

$$N_1 = \frac{V_2 N_2}{V_1}$$

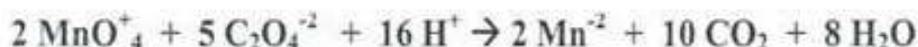
Donde:

V<sub>2</sub> = Volumen de la solución de KMnO<sub>4</sub> en ml, gastado en la titulación.

N<sub>2</sub> = Volumen de la solución de Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (25 ml).

V<sub>1</sub> = Concentración de la solución de Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (0.05 N).

NOTA: Para simplicidad en los cálculos, la concentración de las soluciones se expresa como normalidad (N); la equivalencia con la concentración molar (mol/L) empleada en el Sistema Internacional de Unidades debe involucrar la estequiometría de la reacción de óxido-reducción que se realiza.



5.4 Reactivos para la curva de calibración:

5.4.1 Solución madre de nitritos (250 mg/L): Secar aproximadamente 5 g de nitrito de sodio (NaNO<sub>2</sub>) por lo menos 2 horas a 378°K (105°C); pesar 1.2320 g de este reactivo, disolverlo y aforar a 1000 ml con agua.

Preservar con 1 ml de cloroformo.

$$1.0 \text{ ml} = 250 \mu\text{g de N-NO}_2$$

Valoración de la solución:

Tomar 50 ml de la solución de KMnO<sub>4</sub> (5.3.3); transferir a un matraz Erlenmeyer de 250 ml, agregar 5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5.3.1) y 50.00 ml de la solución madre de nitritos de tal forma que la pipeta descargue bajo la superficie de la solución en el matraz, agitar y calentar hasta 353°K (80°C), titular con la solución de oxalato de sodio (5.3.2) hasta decoloración, retitular el exceso de oxalato con la solución de KMnO<sub>4</sub> (5.3.3) hasta la obtención de un color rosa tenue estable por 30 segundos.

Calcular la concentración de la solución madre de nitritos (Co) en mg/L con la siguiente ecuación:

$$Co = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) (7) 1000}{V_3}$$

Donde:

N<sub>1</sub> = Concentración de la solución de KMnO<sub>4</sub> (0.05 N).

N<sub>2</sub> = Concentración de la solución de Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (0.05 N).



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	6 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

$V_1$  = Volumen de solución de  $KMnO_4$  adicionado para la valoración de 50 ml más el volumen empleado en la retitulación.

$V_2$  = Volumen de la solución  $Na_2C_2O_4$  gastado en la valoración en ml.

$V_3$  = Volumen de la solución madre de nitritos que se valora (50 ml).

7 = Peso equivalente del nitrógeno.

1000 = Factor de conversión.

5.4.2 Solución intermedia de nitritos (50 mg/l):. Calcular el volumen (V) de la solución madre de nitritos (5.4.1) de manera que la alícuota contenga 12.5 mg de nitrógeno de nitritos, requerido para la solución intermedia por medio de la siguiente ecuación:

$$V = \frac{12.5}{C_o}$$

Donde:

$C_o$  = Concentración de la solución madre de nitritos en mg/l. Medir con bureta el volumen calculado (V) (aproximadamente 50 ml) de la solución madre de nitritos (5.4.1); diluir y aforar a 250 ml con agua.

$$1 \text{ ml} = 50 \text{ } \mu\text{g de N-NO}_2$$

5.4.3 Solución patrón de nitritos (0.5 mg/L): Diluir 10 ml de la solución intermedia de nitritos (5.4.2) y aforar a 1000 ml con agua.

$$1 \text{ ml} = 0.5 \text{ } \mu\text{g de N-NO}_2$$

NOTA: Esta solución debe ser preparada momentos antes de utilizarse.

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Prertratamiento de la porción de la muestra.

La muestra debe estar libre de turbiedad y color; para lograr esto, pasarla a través de un filtro de fibra de vidrio o adicionar 2 ml o la cantidad necesaria de suspensión clarificadora, a aproximadamente 100 ml de muestra con agitación y filtrar a través de papel de poro medio. Si existe en la muestra, continuar con el procedimiento y efectuar la corrección por color establecida en 6.6.

### 6.2 Porción de la muestra.

De la disolución obtenida en 6.1, tomar una porción de muestra, dependiendo del contenido esperado de nitritos, según la Tabla 1.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	7 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

Tabla No. 1

Contenido esperado de N-NO <sub>2</sub> (mg/L)	Alícuota de muestra (ml)
0.05	40.0
0.10	25.0
0.50	10.0
1.00	5.0

Proceder con la determinación como se indica en 6.5.

### 6.3 Prueba blanco.

Correr un blanco de reactivos empleando agua en lugar de la muestra durante el procedimiento.

### 6.4 Curva de calibración.

6.4.1 Tomar una serie de patrones en los tubos de Nessler como se indica en la Tabla 2.

6.4.2 Una vez tomados los patrones realizar la determinación de nitrógeno de nitritos a partir de 6.5.2.

6.4.3 Ajustar por el método de mínimos cuadrados las absorbancias leídas,

6.4.4 Graficar en papel milimétrico los microgramos de N-NO<sub>2</sub> contra las absorbancias ajustadas y trazar la recta más probable.

Tabla No. 2

TUBO	VOLUMEN DE SOLUCION PATRON DE NITRITOS (ml)	µg DE N-NO <sub>2</sub>
0	0.00	0.00
1	0.10	0.05
2	0.20	0.10
3	0.40	0.20
4	0.60	0.30
5	1.00	0.50
6	2.00	1.00
7	2.50	1.25
8	4.00	2.00
9	6.00	3.00
10	10.00	5.00
11	12.00	6.00
12	15.00	7.50
13	18.00	9.00
14	20.00	10.00
15	22.00	11.00
16	25.00	12.50



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	8 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

NOTA: Correr un mínimo de 10 patrones eligiéndolos de acuerdo a la concentración de nitritos esperada en la muestra.

## 6.5 Determinación.

- 6.5.1 Transferir la porción de muestra (6.2) a un tubo Nessler o a un matraz volumétrico de 50 ml, neutralizar a un pH aproximado de 7.0 con las soluciones de  $H_2SO_4$ , utilizando potenciómetro o fenolftaleína como indicador.
- 6.5.2 Adicionar 1 ml de solución de sulfanilamida; agitar varias veces el tubo de Nessler.
- 6.5.3 Permitir que la mezcla reaccione por más de 2 minutos pero no más de 8 minutos.
- 6.5.4 Adicionar 1 ml de NEDA, agitar varias veces el tubo de Nessler. Revisar que el pH esté entre 1.9 y 2.5.
- 6.5.5 Aforar a 50 ml; dejar reposar por lo menos 10 minutos pero no más de 1 hora; la presencia de nitritos desarrolla una coloración púrpura rojizo.
- 6.5.6 Ajustar el aparato a cero de absorbancia con agua a una longitud de onda de 543 nm.
- 6.5.7 Leer en espectrofotómetro la absorbancia de la solución a 543 nm. Utilizar la celda adecuada según la Tabla 3.

Tabla No. 3

Longitud de paso de luz de las celdas (cm)	Concentración de N-NO <sub>2</sub> (µg/l)
1	2-25
5	2-6
10	2

## 6.6 Corrección por color.

Si el color de la muestra pretratada persiste, puede interferir con la medición de la absorbancia. Tratar otro volumen igual de muestras como se describe en 6.2. En lugar de agregar las soluciones de sulfanilamida y NEDA, adicionar 1 ml de HCl al 10% y leer la absorbancia ( $A_C$ ).

NOTA: Se recomienda preparar blancos, patrones y muestras, mínimo por duplicado.

**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento del Laboratorio del Agua**



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª.	9 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

## 7. Cálculos.

### 7.1 Método de Cálculo.

#### 7.1.1 Corregir la absorbancia por medio de la ecuación:

$$A = A_M - A_B - A_C$$

Donde:

A = Absorbancia corregida

$A_M$  = Absorbancia de la muestra determinada.

$A_B$  = Absorbancia del blanco.

$A_C$  = Absorbancia de la muestra empleada para corrección de color, en caso de muestras incoloras  $A_C = 0$ .

#### 7.1.2 Obtener los $\mu\text{g}$ de N-NO<sub>2</sub> (m) interpolares en la curva de calibración usando la absorbancia (A).

Calcular la concentración con la siguiente fórmula:

$$C_{N-NO_2} = \frac{m}{v}$$

Donde:

$C_{N-NO_2}$  = Concentración de N-NO<sub>2</sub> en la muestra (mg/l).

m =  $\mu\text{g}$  de N-NO<sub>2</sub> leídos en la curva de calibración.

v = volumen de muestra utilizado en ml.

#### 7.1.3 Una concentración de 1.0 mg/l de N-NO<sub>2</sub> equivale a una concentración de 3.29 mg/L de NO<sub>2</sub> ó a 71.4 $\mu\text{mol/l}$ de Nitritos.

Expresar  $C_{N-NO_2}$  hasta la tercera cifra significativa (0.001 mg/l).

### 7.2 Precisión.

#### 7.2.1 Repetibilidad.

La diferencia entre el valor obtenido por un analista y el promedio de una serie de determinaciones efectuadas por el mismo analista, para una misma muestra no debe exceder de 5 %.

#### 7.2.2 Reproducibilidad.



**Comisión del Agua del Estado de México**  
**Departamento del Laboratorio del Agua**

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Junio 1999	Edición:	4º	Página:	10 de 11	
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Vigencia:	Junio 2001	Revisión:	03	No. de Doc.:	05-31	
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez							
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitratos</i>							

La diferencia entre el valor obtenido por un analista y el promedio de una serie de determinaciones efectuadas por diferentes laboratorios para una misma muestra, no debe exceder del 10%.

**EFFECTOS DE OTRAS SUSTANCIAS SOBRE EL RESULTADO**  
**NOM-AA-99-1987**

SUSTANCIA	SAL CORRESPON-DIENTE	MASA DE LA SUSTANCIA EN µg *	EFECTOS M <sub>N</sub> = 0.00 µg	SOBRE LA DETERMINACION	
				M <sub>N</sub> = 1.00 µg	M <sub>N</sub> = 10.0µg
Magnesio	Acetato	1000	0.00	0.00	-0.07
Potasio	Cloruro	100	0.00	0.00	-0.07
Potasio	Cloruro	1000	0.00	-0.03	-0.13
Sodio	Cloruro	100	0.00	0.00	-0.02
Sodio	Cloruro	1000	0.00	-0.01	-0.13
Bicarbonato	Sodio	6100 (HCO <sub>3</sub> )	0.00	+0.03	+0.01
Bicarbonato	Sodio	12200 (HCO <sub>3</sub> )	0.00	+0.03	+0.06
Nitrato	Potasio	1000 (N)	0.00	0.00	-0.06
Amonio	Cloruro	100 (N)	0.00	-0.01	-0.03
Cadmio	Cloruro	100	0.00	-0.03	-0.03
Zinc	Acetato	100	0.00	-0.04	0.00
Manganeso	Cloruro	100	0.00	+0.04	-0.03
Fierro (III)	Cloruro	10	0.00	+0.04	-0.03
Fierro (III)	Cloruro	100	0.00	-0.06	-0.51
Cobre	Acetato	100	-0.06	-0.06	-0.07
Aluminio	Sulfato	100	0.00	0.00	-0.03
Silicato	Sodio	100 (SiO <sub>2</sub> )	0.00	0.00	-
Urea	-	100	0.00	+0.04	-0.09
Tiosulfato	Sodio	100 (S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0.00	-0.03	-0.82
Tiosulfato	Sodio	1000 (S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0.00	0.00	-0.77
- Cloro	-	2 (Cl <sub>2</sub> )	0.00	-0.22	-0.25
Cloro	-	20(Cl <sub>2</sub> )	-0.01	-0.01	-2.81
Cloramina	-	2(Cl <sub>2</sub> )	-	-0.06	-0.07
Cloramina	-	20(Cl <sub>2</sub> )	-0.01	-0.30	-2.78
Clorhidrato de Hidroxil Amonio		100	0.00	0.00	-0.01
Polifosfato de Sodio (Hexametáfosfato)		50	0.00	-0.03	-0.82
Polifosfato de Sodio (hexametáfosfato)		500	0.00	-0.80	-8.10

\* Masa de la sustancia en la porción de prueba. Se da como el elemento o compuesto, a menos que se indique otra cosa entre paréntesis.

\*\* Los efectos de máximos. Suponiendo que no haya interferencia son: 0.00 ± 0.02 µg; 1.00 ± 0.08 µg; 10.00 ± 0.14 µg (límites de confianza del 95%).

NOTA: Para efectos de la NOM estos valores son indicativos y no deben considerarse como cuantitativos.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	4ª	11 de 11
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitrógeno de Nitritos</i>	Junio 2001	03	05-31

### 8. Precauciones.

Cuando se trate de agua residual, manéjese con más cuidado, además de usar guantes, mascarilla y lentes de seguridad.

### 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-99, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1987.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, American Water Work Association, 17 th edition, USA,1989.

### 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	1 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-32

**Procedimiento para la Determinación de Nitratos.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró: Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó: I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	2 de 6
Autorizó: Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título: <i>Determinación de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-32

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	3 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-32

## Procedimiento para la Determinación de Nitratos

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método para la determinación de Nitrógeno de Nitrato en agua.

### 2. Alcance.

Es aplicable para agua potable, natural, residual y residual tratada.

### 3. Referencias.

Esta técnica se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas en vigor:

NOM-AA-3	Aguas Residuales - Muestreo.
NOM-AA-14	Cuerpos Receptores - Muestreo.
NOM-BB-14	Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorios.
NOM-Z-1	Sistema Internacional de Unidades (S.I).

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1 Espectrofotómetro capaz de usarse a 410 nm provisto de un trayecto de luz de 1 cm o mayor; o fotómetro de filtro, que permita un trayecto de luz de 1 cm o mayor, con un filtro violeta que tenga transmitancia máxima entre 400 y 425 nm.
- 4.2 Baño de agua con sistema de calefacción suficiente para mantener por lo menos 368°K (95°C) cuando las muestras frías sean introducidas.
- 4.3 Baño de agua fría (agua con hielo).
- 4.4 Pipeta de seguridad.
- 4.5 Gradilla metálica.
- 4.6 Tubos de reacción de vidrio de silicato de boro, aproximadamente de 2.5 X 15 cm con tapón de baquelita.
- 4.7 Material común de laboratorio.

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª.	4 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-32

## 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1 Solución de Nitrato.- Disolver 721.8 mg de nitrato de potasio anhidro ( $KNO_3$ ) y diluir a 1000 ml con agua destilada; 1ml = 0.1 mg N- $NO_3$ .
- 5.2 Solución patrón de Nitrato.- Diluir 10 ml de la solución madre de nitrato y aforar a 1000 ml con agua destilada; 1ml = 1 $\mu$ g N- $NO_3$  preparar antes de efectuar el análisis.
- 5.3 Solución de arsenito de sodio.- Disolver 5.0g de arsenito de sodio ( $NaAsO_2$ ) y diluir a 1000 ml con agua destilada.

NOTA 1: Precaución: este reactivo es tóxico, evitar su ingestión.

- 5.4 Solución de brucina-ácido sulfúrico.- Disolver 1.0 g de sulfato de brucina y 0.1 g de ácido sulfanílico en aproximadamente 70 ml de agua destilada caliente. Añadir 3 ml de HCl concentrado, enfriar y aforar a 100 ml. Esta solución es estable por algunos meses. El color rosa que desarrolla lentamente no afecta su utilidad.

NOTA 2: Precaución: El sulfato de brucina es tóxico, evitar su ingestión.

- 5.5 Solución de ácido sulfúrico.- Agregar con cuidado 500 ml de  $H_2SO_4$  concentrado a 125 ml de agua destilada, enfriar a temperatura ambiente antes de usarlo y mantenerlo en un frasco herméticamente cerrado para prevenir la absorción de la humedad atmosférica.
- 5.6 Solución de Cloruro de Sodio.- Disolver 300 g de NaCl y diluir a 1000 ml con agua destilada.
- 5.7- Suspensión de Hidróxido de Aluminio.- Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio [ $K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ ] ó sulfato de aluminio y amonio [ $(NH_4)_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ ] en 1000 ml de agua destilada. Calentar a 333°K (60°C) y adicionar 55 ml de hidróxido de amonio ( $NH_4OH$ ) concentrado, lentamente y con agitación. Dejar reposar la mezcla unas horas y decantar. Lavar el precipitado por adiciones sucesivas de agua destilada con mezclado manual y decantaciones, hasta que se encuentre libre de olores amoniacales.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	5 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-32

## 6. Procedimiento.

### 6.1 Preparación de la muestra.

Clasificar la muestra con hidróxido de aluminio en caso de turbidez y filtrar con papel filtro de poro medio. Si la muestra contiene cloro residual, remover este por adición de una gota de la solución de arsenito de sodio por cada 0.10 mg de  $\text{Cl}_2$  y mezclar (añadir una gota en exceso a una porción de 50 ml).

### 6.2 Desarrollo de color.

Colocar el número requerido de tubos de reacción en la gradilla metálica dejando un espacio vacío entre cada tubo, incluyendo un tubo para un blanco y los tubos preparados para la curva.

6.3 Poner en cada tubo 10 ml de la muestra. Poner la gradilla que contiene tanto la muestra, el blanco y los tubos de la curva en baño de agua fría y añadir a cada tubo 2 ml de la solución de NaCl, tapar los tubos con tapones de baquelita y mezclar invirtiendo varias veces.

6.4 Agregar 10 ml de la solución de ácido sulfúrico, tapar y mezclar invirtiendo varias veces los tubos.

NOTA 3: Si se ha desarrollado turbidez o color en este punto, leer la absorbancia de la muestra a 410 nm y restarla a su lectura final.

6.5 Colocar la gradilla de nuevo en el baño de hielo y añadir 0.5 ml del reactivo brucina-ácido sulfanílico a cada tubo.

6.6 Mezclar por inversión y colocar la gradilla en el baño de agua a la temperatura de ebullición.

6.7 Exactamente después de 20 minutos, sacar las muestras del baño de agua caliente y sumergirlas en agua fría. Cuando estén a temperatura ambiente leer las absorbancias de los patrones y muestras contra el blanco de reactivos a 410 nm.

6.8 Obtener las lecturas de  $\mu\text{g}$  de nitrógeno de nitratos directamente de la curva de calibración y calcular la concentración real de la muestra.

## 7. Cálculos.

$$\text{mg/L N-NO}_3 = \frac{\mu\text{g N-NO}_3}{\text{ml de la muestra}} \quad (\text{leídas en la curva}).$$

$$\text{mg/L NO}_3 = \text{mg/L N-NO}_3 \times 4.43.$$



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró: Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó: I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	3ª	6 de 6
Autorizó: QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título: <i>Determinación de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-32

### 8. Precauciones.

Cuando se trate de agua residual, manéjese con más cuidado, además de usar guantes, mascarilla y lentes de seguridad.

### 9. Bibliografía.

- SAWYER C.N. and Mc Canty, P.L., Chemistry for Sanitary Engineers, Mc Graw Hill-Book Co., Kogakusha, 1967.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastwater, 14<sup>th</sup> edition, 1977.

### 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	1 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Manganeso</i>	Junio 2001	01	05-33

**Procedimiento para la Determinación de Manganeso.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	2 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Manganeso</i>	Junio 2001	01	05-33

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>			
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>			
	Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Junio 1999
	Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Edición:	2ª
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Junio 2001	
Título:	<i>Determinación de Manganeso</i>	Revisión:	01	Página: 3 de 4 No. de Doc.: 05-33

## Procedimiento para la Determinación de Manganeso

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método colorimétrico del permanganato de potasio para la determinación de manganeso.

### 2. Alcance.

Este método es aplicable a muestras geológicas de pozos profundos.

### 3. Referencias.

El método se basa en el procedimiento del libro Métodos de Análisis Químico de Rocas y Materiales Similares.

### 4. Equipo y Materiales.

- 4.1. Colorímetro.
- 4.2. Campana de Extracción.
- 4.3. Estufa.
- 4.4. Material común de laboratorio.
  - 4.4.1. Vasos de precipitados de 250 ml
  - 4.4.2. Matraz Erlenmeyer de 250 ml
  - 4.4.3. Pipetas volumétricas de 10 ml

### 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1. Persulfato de amonio.  $(\text{NH}_4)_2 \text{S}_2\text{O}_8$ .
- 5.2. Sulfato mercúrico ( $\text{HgSO}_4$ ).
- 5.3. Acido nítrico concentrado ( $\text{HNO}_3$ ).
- 5.4. Acido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ).
- 5.5. Nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ).
- 5.6. Solución Especial para Manganeso: Disolver 75 g. de  $\text{HgSO}_4$  en 400 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado y 200 ml de agua destilada, se agregan 200 ml de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  al 85% y 0.035 gr de  $\text{AgNO}_3$ , diluir a 1 l (la solución fría) en matraz aforado.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	2ª.	4 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Manganeso</i>	Junio 2001	01	05-33

## 6. Procedimiento.

- 6.1 Secar la muestra a  $150^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , durante 12-24 horas.
- 6.2 Pesar 2 gr. de muestra seca y pasar a un vaso de precipitados de 100 ml.
- 6.3 Añadir 5 ml de solución especial para manganeso.
- 6.4 Poner a digestión hasta 40 ml en una parrilla de calentamiento a una temperatura de  $60^{\circ}\text{C}$  aproximadamente.
- 6.5 Filtrar la muestra, recibir el filtrado en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- 6.6 Agregar el filtrado de 1 g. de persulfato de amonio.
- 6.7 Calentar ligeramente hasta que se desarrolle el color rosa. Dejar enfriar.
- 6.8 Aforar en tubo Nessler de 50 ml, con agua destilada.
- 6.9 Regresar la muestra aforada al matraz Erlenmeyer.
- 6.10 Hacer la dilución necesaria de acuerdo a la concentración de la muestra.
- 6.11 Transferir la muestra a la celda del colorímetro, hasta el aforo.
- 6.12 Leer en el colorímetro, comparando con el disco de color para manganeso.

## 7. Cálculos.

$$\text{mg/l de manganeso} = C \times D$$

Donde:

C = Concentración de manganeso directamente del colorímetro.

D = Dilución de la muestra llevada a 50 ml.

## 8. Precauciones.

Utilizar para el procedimiento de digestión, guantes de asbesto y campana de extracción para vapores generados.

Use mascarilla y goggles.

## 9. Bibliografía.

- Métodos de Análisis Químico de Rocas y Materiales Similares, Alberto Obregón, Edit.- DOP, México, 1973.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2°.	1 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Hierro</i>	Junio 2001	01	05-34

**Procedimiento para la Determinación de Hierro.**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	2 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Hierro</i>	Junio 2001	01	05-34

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	3 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Hierro</i>	Junio 2001	01	05-34

## Procedimiento para la Determinación de Hierro

### 1. Objetivo.

Esta técnica establece el método colorimétrico del tiocianato de amonio para la determinación de Hierro.

### 2. Alcance.

Este método es aplicable a muestras geológicas de pozos profundos.

### 3. Referencias.

El método se basa en el procedimiento del libro Métodos de Análisis Químico de Rocas y Materiales Similares.

### 4. Equipos y Materiales.

- 4.1. Colorímetro.
- 4.2. Estufa.
- 4.3. Campana de Extracción.
- 4.4. Material común de Laboratorio.
  - 4.4.1. Vasos de precipitados de 125 ml.
  - 4.4.2. Vaso de precipitados de 250 ml.
  - 4.4.3. Matraz Erlenmeyer de 250 ml.
  - 4.4.4. Pipetas volumétricas de 10 ml.

### 5. Soluciones y Reactivos.

- 5.1. Solución de ácido clorhídrico (HCl) 1:1.  
Disolver 1 parte de Acido Clorhídrico (HCl) en 1 parte de agua destilada o volúmenes proporcionales.
- 5.2. Peróxido de hidrógeno al 3%. Disolver 3 ml de  $H_2O_2$  en 97 ml de agua destilada.
- 5.3. Solución de tiocianato de amonio ( $NH_4SCN$ ): Disolver 25 g de tiocianato de amonio y diluir a 1 litro en matriz aforado.

### 6. Procedimiento.

- 6.1 Secar la muestra durante 12-24 horas en la estufa a  $105^\circ C \pm 1^\circ C$ .
- 6.2 Pesar 2 g de muestra seca y pasar a un vaso de precipitados de 100 ml.
- 6.3 Agregar 50 ml de agua destilada, medidas con tubo Nessler.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Eduardo Monroy Vega <i>EM</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart <i>RM</i>	Junio 1999	2ª.	4 de 4
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Determinación de Hierro</i>	Junio 2001	01	05-34

- 6.4 Adicionar 5 ml de HCl 1:1.
- 6.5 Digerir en parrilla de calentamiento a una temperatura aproximada de 60°C, hasta tener un volumen final de 40 ml.
- 6.6 Filtrar la muestra, recibiendo el filtrado en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- 6.7 Añadir una gota de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 3%, al filtrado.
- 6.8 Aforar en un tubo Nessler hasta 50 ml con agua destilada.
- 6.9 Verter el contenido del tubo Nessler al matraz Erlenmeyer y adicionar 5 ml de la solución de tiocianato de amonio. Desarrolla un color rojo-vino.
- 6.10 Hacer la dilución necesaria de acuerdo a la concentración que presente.
- 6.11 Transferir la muestra coloreada a la celda del colorímetro hasta el aforo.
- 6.12 Leer en el colorímetro, comparando con el disco para hierro.

## 7. Cálculos.

$$\text{mg/l Hierro} = C \times D$$

Donde:

C = Concentración de hierro directamente del colorímetro.

D = Dilución de la muestra llevada a 50 ml.

## 8. Precauciones.

Utilizar para el procedimiento de digestión guantes de asbesto y campana de extracción para los vapores generados. Además de usar mascarilla y goggles.

## 9. Bibliografía.

- Química Analítica Cuantitativa.- Vogel, A.I. Edit. Kapeluz, Argentina (1970).
- Método de Análisis Químico de Roca y Materiales Similares, Alberto O., Edit, DOP, México, 1973.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	1ª.	1 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Cloruros (Método Argentométrico)</i>	Junio 2001	01	05-35

**Procedimiento para la Determinación de Cloruros  
(Método Argentométrico).**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	1ª.	2 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Cloruros (Método Argentométrico)</i>	Junio 2001	01	05-35

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencia.
4. Equipo y Material.
5. Soluciones.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>				
	<b>Departamento del Laboratorio del Agua</b>				
	Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
	Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	1ª.	3 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:	
Título:	<i>Det. de Cloruros (Método Argentométrico)</i>	Junio 2001	01	05-35	

## Procedimiento para la Determinación de Cloruros (Método Argentométrico)

### 1. Objetivo.

Este procedimiento establece el método argentométrico para la determinación de cloruros en agua.

### 2. Alcance.

Este método es aplicable en aguas naturales y residuales para un ámbito de 1.5 a 100 mg/l, para 100 ml de muestra, un alcance mayor puede lograrse por diluciones de la muestra original o del titulador.

### 3. Referencia.

La presente técnica está en concordancia con la Norma Oficial Mexicana NOM-AA-73-1981 "Determinación de Cloruros Método Argentométrico", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Material.

- 4.1 Matraces Erlenmeyer de 125 ml.
- 4.2 Bureta de 25 ml.
- 4.3 Bureta de 10 ml.
- 4.4 Pipetas volumétricas de 1, 5, 10, 20, 25 ml.
- 4.5 Pipetas graduadas.
- 4.6 Soporte universal.
- 4.7 Perilla.
- 4.8 Embudo de vidrio con tallo.
- 4.9 Papel filtro Whatman # 40.
- 4.10 Frascos para reactivos.
- 4.11 Potenciómetro. En caso de usar potenciómetro para ajustar el pH.

### 5. Soluciones.

- 5.1. Solución indicadora de cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ ).

Disolver 50 g de  $K_2CrO_4$  en aproximadamente 500 ml de agua. Agregar solución de nitrato de plata hasta que se forme un precipitado rojo. Dejar reposar 12 hrs. Filtrar y diluir a 1 litro de agua destilada.

- 5.2. Solución valorada de nitrato de plata ( $AgNO_3$ ) 0.0141N.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	1ª.	4 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Cloruros (Método Argentométrico)</i>	Junio 2001	01	05-35

Disolver 2.395 g de  $\text{AgNO}_3$  en agua y aforar a 1000 ml, conservar en frascos color ámbar.

### 5.3. Solución estándar de cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ) 0.0141N.

Pesar 824.1 mg de  $\text{NaCl}$ , previamente secado a  $140^\circ\text{C}$  por dos horas disolver en agua y aforar a 1000 ml  
1 ml es igual a 0.5 mg de  $\text{Cl}^-$

### 5.4. Suspensión de hidróxido de aluminio.

Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio,  $(\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O})$  o sulfato de aluminio y amonio  $(\text{Al NH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O})$  en un litro de agua.

Calentar a  $60^\circ\text{C}$  y agregar 55 ml de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) concentrado lentamente con agitación.

Dejar reposar la solución 1 hr. aproximadamente, decantar el agua sobre nadante y lavar con agua, dejar reposar y volver a decantar, repetir el procedimiento anterior hasta que se considere libre de cloruros (aproximadamente seis veces).

### 5.5. Solución indicadora de fenolftaleína ( $\text{C}_2\text{OH}_{14}\text{O}_4$ ).

Disolver 0.5 g de fenolftaleína en 50 ml de alcohol etílico y agregar 50 ml de agua. Agregar solución de hidróxido de sodio 0.02 N, gota a gota hasta la aparición de una coloración rosa pálido.

### 5.6. Solución de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 1 N

Disolver con agua 40.0 g de  $\text{NaOH}$  y aforar a 1000 ml.

### 5.7. Solución de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 0.02 N.

Diluir con agua 20 ml de solución de hidróxido de sodio 1 N y aforar a 1000 ml.

### 5.8. Solución de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1 N.

Diluir 30 ml de  $\text{H}_2\text{O}_4$  concentrado y diluir a 1000 ml.

## 6. Procedimiento.

### 6.1. Valoración de la solución de nitrato de plata 0.0141 N.

6.1.1. Medir un volumen de 10 a 20 ml de solución estándar de cloruros de sodio 0.0141 N.

6.1.2. Agregar agua hasta completar un volumen de 100 ml.

6.1.3. Agregar 1.0 ml de solución indicadora de cromato de potasio.

6.1.4. Titular con la solución de nitrato de plata hasta un vire de amarillo a rojo ladrillo.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	1ª.	5 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Cloruros (Método Argentométrico)</i>	Junio 2001	01	05-35

6.1.5. Calcular la normalidad de la solución de nitrato de plata por medio de la siguiente fórmula:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{V_1 \times N_1}{V_2}$$

Donde:

$V_1$  = Volumen de solución estándar de cloruro de sodio empleado en la titulación.

$N_1$  = Normalidad de la solución de cloruro de sodio = 0.0141

$V_2$  = Volumen de la solución de nitrato de plata empleado en la titulación.

Nota: Hacer un mínimo de 3 titulaciones y tomar un promedio de las normalidades resultantes.

6.2. Tratamiento preliminar de la muestra.

Si la muestra presenta coloración o turbiedad tal que interfiera con el punto de vire, trátase como sigue:

6.2.1. Tomar 100 ml de la muestra.

6.2.2. Agregar 3 ml de suspensión de hidróxido de aluminio.

6.2.3. Agitar y dejar reposar hasta sedimentación del precipitado.

6.2.4. Filtrar con papel filtro utilizando embudo de vidrio. Lavar el precipitado y mezclar esta agua con el filtrado.

6.2.5. En caso necesario repetir el procedimiento anterior.

6.2.6. Aforar con agua a 100 ml.

6.3. Análisis de la muestra.

6.3.1. Tomar 100 ml de muestra o una alícuota diluida a 100 ml con agua.

6.3.2. Ajustar el pH de la muestra entre 7 y 10 con ácido sulfúrico 1 n y/o hidróxido de sodio 1N, utilizando un potenciómetro o solución de fenolftaleína.

6.3.4. Titular con la solución valorada de nitrato de plata hasta el vire de amarillo a rojo ladrillo.

6.3.5. Analizar un testigo con agua en la misma forma que las muestras.

## 7. Cálculos.

La concentración de cloruros se determina por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{mg/l Cl}^- = \frac{(A-B) \times N \times 35450}{V}$$

Donde:

A = Volumen en ml de solución de nitrato de plata empleados en la titulación de la muestra.

B = Volumen en ml de solución de nitrato de plata empleados en la titulación del testigo.

V = Volumen de la muestra en ml tomados para la determinación.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento del Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Bertha Cruz Muñoz	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	I.Q.I. Tomás Alvarado Miramar	Junio 1999	1ª.	6 de 6
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Det. de Cloruros (Método Argentométrico)</i>	Junio 2001	01	05-35

## 8. Precauciones.

Cuando se trate de agua residual, manéjese con más cuidado, además de usar guantes, mascarilla y lentes de seguridad.

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-73, Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, 1981.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association and American Water Work Association, 17<sup>th</sup> edition, USA 1989.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. Maria B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª	1 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36

**Procedimiento para la Detección y  
Enumeración de Organismos Coliformes y  
Organismos Coliformes Termotolerantes  
(Método de Filtración a Través de Membrana).**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva <i>MB</i>	Junio 1999	2 <sup>a</sup> .	2 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36

## Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>				
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>				
	Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
	Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva <i>AB</i>	Junio 1999	2ª	3 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:	
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36	

## Procedimiento para la Detección y Enumeración de Organismos Coliformes y Organismos Coliformes Termotolerantes (Método de Filtración a Través de Membrana)

### 1. Objetivo.

Describe un método para la detección y enumeración de organismos coliformes y organismos coliformes termotolerantes en agua, después de una filtración a través de una membrana celulósica.

### 2. Alcance.

Este método es aplicable a todo tipo de agua, exceptuando aguas salinas con altos contenidos de diatomeas o cuando haya alto contenido de otros organismos que puedan interferir con el crecimiento.

### 3. Referencias.

Norma Oficial Mexicana NOM-AA-102-1987. "Calidad del Agua – Detección y enumeración de organismos y organismos coliformes termotolerantes – método de filtración de membrana", Dirección General de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

### 4. Equipo y Materiales.

Aparte de los equipos que se suministran estériles, el material de vidrio y el resto del equipo deben esterilizarse.

- 4.1 Horno de aire caliente para esterilización con calor seco.
- 4.2 Autoclave con manómetro.
- 4.3 Incubador o baño de agua, controlado termostáticamente a  $35 - 37 \pm 1$  °C.
- 4.4 Incubador o baño de agua controlado termostáticamente a  $44 \pm 0.5$  °C.
- 4.5 Potenciómetro.
- 4.6 Equipo para filtración de membrana.
- 4.7 Membranas filtrantes estériles de 47 mm de diámetro, con poro de 0.45 micras.
- 4.8 Pinzas de punta redondeada para manejar las membranas.
- 4.9 Frascos de vidrio boca ancha color ámbar, con tapón esmerilado de 250 ml o bolsas de plástico estériles de volumen equivalente.
- 4.10 Contador de colonias Quebec.
- 4.11 Material común del laboratorio.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª	4 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36

## 5. Soluciones y Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso del agua se debe entender agua destiladas in vitro o agua desionizada libre de sustancias que pueden inhibir el crecimiento bacteriano en las condiciones de la prueba.

En caso de utilizar medios deshidratados, seguir las instrucciones del fabricante para su preparación:

### 5.1 Diluyentes.

#### 5.1.1 Diluyente de Peptona (0.1%)

Peptona	1.0 g.
Agua para llevar a	1000 ml.

Disolver la peptona en aproximadamente 950 ml de agua.

Ajustar el pH con solución de hidróxido de sodio 1 mol/L. o ácido clorhídrico 1 mol/l de modo que después de esterilización sea de  $7.0 \pm 0.1$ , aforar a 1000 ml con agua, distribuir a volúmenes convenientes y esterilizar en autoclave a  $121^\circ \pm 1C^\circ$  X 15 min.

#### 5.1.2. Solución amortiguadora de fosfato.

Fosfato monobásico de potasio ( $KH_2PO_4$ )	42.5 mg
Cloruro de magnesio ( $MgCl_2$ )	190.0 mg
Agua para llevar a	1000 ml

##### 5.1.2.1. Solución de Fosfato.

Disolver 34 g de fosfato en 500 ml de agua. Ajustar a pH  $7.2 \pm 0.5$  con solución de hidróxido de sodio 1 mol/L y aforar a 1000 ml con agua.

##### 5.1.2.2. Solución de cloruro de magnesio.

Disolver 38 g. de cloruro de magnesio en 1000 ml de agua. Para usarla, añadir 1.25 ml. de solución de fosfato y 5.0 ml de solución de cloruro de magnesio; aforar a 1000 ml con agua. Distribuir en volúmenes convenientes y esterilizar en autoclave a  $121 C^\circ \pm 1 C^\circ$  X 15 min.

##### 5.1.2.3. Medio Endo para membrana.

Triptosa.	10.0	g
Tiopeptona.	5.0	g
Tripticasa (casitona).	5.0	g
Extracto de levadura.	1.5	g
Lactosa.	12.5	g



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª.	5 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36

Cloruro de sodio (NaCl).	5.0	g
Fosfato dibásico de potasio ( $K_2HPO_4$ ).	4.375	g
Fosfato monobásico de potasio ( $KH_2PO_4$ ).	1.375	g
Lauril sulfato de sodio ( $NaC_{12}H_{25}SO_4$ ).	0.05	g
Desoxicolato de sodio.	0.1	g
Sulfito de sodio ( $Na_2SO_3$ ).	2.1	g
Fuesina básica.	1.05	g
Agua para llevar a	1000	ml

Disolver los componentes en agua conteniendo 20 ml de etanol 95%, calentar a ebullición, quitar inmediatamente y enfriar a 45°C. No colocar en autoclave. El pH final debe ser de 7.1 a 7.3. Almacenar el medio a 4°C en la obscuridad y desechar el medio que no se haya usado después de 4 días.

Nota: Este medio puede solidificarse adicionando de 1.2 a 1.5% de agar antes de hervirlo.

#### 5.1.2.4. Medio MFC.

Triptosa.	10.0	g
Peptona proteosa No. 3 o polipeptona.	5.0	g
Extracto de levadura.	3.0	g
Cloruro de sodio (NaCl).	5.0	g
Lactosa.	12.5	g
Sales biliares No. 3 ó mezcla de sales biliares.	1.5	g
Azúl anilina.	0.1	g
Agua para llevar a	1000	ml

Rehidratar en agua conteniendo 10 ml de ácido rosólico (aurina) ( $C_{19}H_4O_3$ ) al 1% en NaOH 0.2 N. Calentar el medio hasta su punto de ebullición, quitar inmediatamente del calor y enfriar a una temperatura menor a 45°C. No esterilizar en autoclave. El pH final debe ser 7.4.

El medio debe almacenarse entre 2 y 10°C y cualquier porción no utilizada debe desecharse después de 96 horas (4 días).

NOTAS: Este medio puede solidificarse mediante la adición de 1.2 – 1.5% de agar antes de la ebullición.

El reactivo de ácido rosólico ( $C_{29}H_{14}O_5$ ) se descompondrá si se esteriliza en autoclave. La solución patrón debe almacenarse en la obscuridad entre 2 y 10°C y debe desecharse después de 2 semanas, o antes si su color cambia de rojo oscuro y café oscuro.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª	6 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36

## 6. Procedimiento.

### 6.1. Selección del volumen de muestra.

El volumen máximo de la porción de prueba depende de la filtrabilidad de la muestra de agua y de las membranas utilizadas. Seleccionar un volumen de muestra tal o no dilución del mismo que dé menos de aproximadamente 100 colonias en una membrana de 47 o 50 mm de diámetro. Para trabajo rutinario se recomienda una muestra de 200 ml. Cuando se espere un contenido alto de bacterias, puede tomarse una muestra más pequeña (20 ml); pero se recomienda poner en el embudo previamente 50 ml de agua de dilución estéril.

### 6.2. Filtración.

Colocar las bases en la unidad filtrante y en ambiente estéril (mecheros encendidos). Colocar la membrana estéril con ayuda de las pinzas de punta redondeada. La cuadrícula de la membrana debe quedar visible. Colocar el embudo con cuidado y sujetarlo.

Agitar vigorosamente la muestra, verter 100 ml en el embudo y filtrar con ayuda del vacío. Enjuagar el embudo con la membrana todavía en su lugar con 3 porciones de 20 a 30 ml de agua de dilución estéril.

### 6.3. Transferencia de la membrana.

Después del último enjuague y terminada la filtración, quitar el embudo y con ayuda de la pinza de punta redondeada flameada; levantar la membrana y sobreponerla en un cojinete absorbente estéril saturado previamente con medio líquido en una caja de Petri. Para evitar cualquier crecimiento confluyente, verter cualquier exceso de medio antes o después de colocar la membrana en el cojinete.

Asegúrese de que no hay burbujas de aire atrapado entre la membrana y el medio. Para diferentes volúmenes de la misma muestra, puede reutilizarse el equipo de filtración sin desinfectarlo, siempre y cuando se filtren primero los volúmenes más pequeños. Para filtrar otra muestra, usar otro equipo de filtración o bien desinfectar el equipo, por ejemplo, por inmersión en agua hirviendo por lo menos 1 min. Alternativamente, seguir las instrucciones del fabricante para la desinfección. Durante la filtración de una serie de muestras, no es necesario desinfectar la base del filtro a menos que se contamine o se dañe la membrana.

No alternar la filtración de muestras contaminadas de agua tratada en el mismo equipo. Primero filtrar todas las muestras de agua clorada y aquéllas de las que se esperan resultados negativos y después las muestras contaminadas. Alternativamente, puede utilizarse un equipo de filtración para todas las muestras cloradas y otro para las muestras contaminadas.

### 6.4. Incubación.

Invertir las cajas petri y colocarlas en una incubadora. Las cajas que contienen membranas en cojinetes absorbentes deben colocarse siempre en cajas herméticas para evitar la desecación del medio.

Incubar una membrana ya sea a  $35 \pm .5$  °C ó  $37 \pm .5$ °C entre 18-24 horas para aislar los organismos coliformes, (coliformes totales).



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva <i>AB</i>	Junio 1999	2ª	7 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36

Incubar la otra membrana a  $44 \pm .5^{\circ}\text{C}$  entre 18 – 24 horas para organismos coliformes termotolerantes (coliformes fecales).

## 6.5. Examen de las membranas.

Después de la incubación, las cajas petri con membranas deben examinarse inmediatamente.

### 6.5.1. Organismos coliformes (coliformes totales).

Examinar las membranas con ayuda del cuenta colonias y contar como organismos coliformes (coliformes totales) todas las colonias, independientemente del tamaño que muestren que tengan las siguientes características.

Un color rojo oscuro con brillo metálico verde-dorado.

### 6.5.2. Organismos coliformes termotolerantes (coliformes fecales).

Considerar como organismos coliformes termotolerantes todas las colonias que muestren después de la incubación a  $44^{\circ}\text{C}$  la característica colonial siguiente.

Colonias de color azul.

## 7. Cálculos.

A partir del número de colonias contadas en la membrana, calcular el número de organismos coliformes y organismos coliformes termotolerantes presentes en 100 ml de muestra, expresando el resultado como unidades formadoras de colonias en un volumen de referencia especificado de la muestra, de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{Colonias coliformes X 100 ml} = \frac{\text{Colonias col. contadas X vol. de ref. (100 ml)}}{\text{Vol. filtrado de muestra}}$$

## 8. Precauciones.

Limpia y desinfecta la mesa con fenol al 2 o 3% o alcohol al 95%; usar bata de algodón, cubre bocas, área estéril (mecheros o campana de flujo laminar).

	<b>Comisión del Agua del Estado de México</b>				
	<b>Departamento de Laboratorio del Agua</b>				
	Elaboró:	Téc. Francisco Mariaca Aguilar	Elaboración:	Edición:	Página:
	Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª	8 de 8
Autorizó:	Q.I. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:	
Título:	<i>Proc. de Filtración a Través de Membrana</i>	Junio 2001	01	05-36	

## 9. Bibliografía.

- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-102-1987, "Calidad del Agua-Detección y Enumeración de Organismos y Organismos Termotolerantes, Método de Filtración de Membrana", Dirección de Normas, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.
- Métodos Normalizados para el Análisis de Agua Potable y Residuales, 17. edición, Edición Diaz Santos, S.A., 1992.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró: P. Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó: Q.B.P María B. Orozco Villanueva <i>MB</i>	Junio 1999	2ª.	1 de 6
Autorizó: Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título: <i>Proc. para la Det. de Hierro (Mét. de la Fenantrolina)</i>	Junio 2001	02	05-37

**Procedimiento para la Determinación de Hierro  
(Método de la Fenantrolina)**

Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua



Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P Maria B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª.	2 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para la Det. de Hierro (Mét. de la Fenantrolina)</i>	Junio 2001	02	05-37

**C o n t e n i d o**

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P María B. Orozco Villanueva <i>MB</i>	Junio 1999	2ª.	3 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para la Det. de Hierro (Mét. de la Fenantrolina)</i>	Junio 2001	02	05-37

**Procedimiento para la Determinación de Hierro  
(Método de la Fenantrolina)**

**1. Objetivo.**

Establecer el método colorímetro de la fenantrolina para determinar hierro en el agua.

**2. Alcance.**

Este método es aplicable para la determinación de hierro en agua potable y residual en el ámbito de 0 a 10 µg. de hierro.

**3. Referencias.**

Hierro, métodos normalizados 3500 – Fe D método de la fenantrolina.

**4. Equipo y Materiales.**

- Espectrofotómetro para utilizarlo a 510 nm, que proporcione un trayecto luminoso de 1 cm. o más largo.
- Parrilla de Calentamiento.
- Material de vidrio común de laboratorio, lavado con ácido clorhídrico concentrado y enjuagado con agua destilada antes de utilizarse.

**5. Soluciones y Reactivos.**

Utilícense reactivos bajos en hierro.

- Hidroxilamina, (NH<sub>2</sub>OH.HCl).
- Acetato de sodio, (NaC<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub> · 3H<sub>2</sub>O).
- Monohidrato de 1.10 –Fenantrolina (C<sub>12</sub> H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O).
- Sulfato amónico ferroso (Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O).
- Permanganato potásico (KMnO<sub>4</sub>).
- Acido clorhídrico (HCl) concentrado (con menos de 0.00005% de hierro).

*Solución de Hidroxilamina.*

Disuélvanse 10 g. de hidroxilamina en 100 ml. de agua.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P María B. Orozco Villanueva <i>AB</i>	Junio 1999	2ª	4 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para la Det. de Hierro (Mét. de la Fenantrolina)</i>	Junio 2001	02	05-37

*Solución de Acetato de Sodio*

Disuélvase 200 g. de acetato de sodio en 800 ml. de agua.

*Solución de Fenantrolina*

Disuélvanse 100 mg. de monohidrato de 1.10 fenantrolina en 100 ml. de agua por agitación, añádase al agua 2 gotas de ácido clorhídrico. Descártese la solución si se oscurece.

*Solución de Hierro de Reserva.*

Añádanse lentamente 20 ml. de  $H_2SO_4$  concentrado a 50 ml. de agua y disuélvanse 1.404 g. de sulfato amónico ferroso. Añádase permanganato potásico 0.1N gota a gota hasta que persista un color rosa pálido. Dilúyase hasta 1000 ml. con agua y mézclese.

**1 ml. = 200  $\mu$ g Fe**

*Soluciones de Hierro Patrón:*

a) Llévase con la pipeta 50 ml. de la solución de reserva a un matraz volumétrico de 1000 ml. y dilúyase con agua hasta la señal.

**1 ml. = 10  $\mu$ g Fe**

b) Llévase con la pipeta 5 ml. de solución de reserva a un matraz volumétrico de 1000 ml. y dilúyase con agua hasta la señal,

**1 ml = 1  $\mu$ g Fe**

*Permanganato Potásico 0.1 Normal.*

Disolver 0.316 g de permanganato potásico ( $KMnO_4$ ) en 100 ml. de agua destilada.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª	5 de 6
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	Proc. para la Det. de Hierro (Mét. de la Fenantrolina)	Junio 2001	02	05-37

## 6. Procedimiento.

### Curva de calibración

Matraz	Solución Patrón 1 ppm (ml.)	Concentración (ppm)
1	0	0.00
2	1	0.02
3	5	0.10
4	10	0.20
5	20	0.40
6	30	0.60
Matraz	Solución Patrón 10 ppm (ml.)	Concentración (ppm)
7	4	0.80
8	5	1.00

**Desarrollo de color.-** A cada matraz con solución patrón agrégense:

- 2 ml. de ácido clorhídrico concentrado.
- 1 ml. de hidroxilamina.
- 10 ml. de acetato de sodio.
- 5 ml. de fenantrolina.

Mézclese y después de 10 a 15 minutos de reposo, afórese a 50 ml. con agua destilada.

**Medida del color:** Léanse los patrones frente a agua destilada fijada la absorbancia a cero e inclúyase un blanco.

Ajústese el espectrofotómetro a 510 nm.

### Determinación de hierro en las muestras:

- Mézclese la muestra enérgicamente y tómense 50 ml. en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- Añádanse 2 ml. de HCl concentrado y 1 ml. de hidroxilamina.
- Añádanse 1 par de perlas de vidrio y caliéntese a ebullición hasta que el volumen se reduzca a 15-20 ml. (si la muestra ha sido sometida a combustión seca, disuélvase el residuo en 2 ml. de HCl concentrado y 5 ml. de agua).
- Enfríese a temperatura ambiente.
- Añádanse 10 ml. de acetato de sodio y 4 ml. de fenantrolina, mézclese cuidadosamente y déjese reposar 10-15 minutos para que se desarrolle el color al máximo, afórese a 50 ml. con agua destilada en un tubo Nessler. Mídase el color de igual modo que los patrones.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P María B. Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª.	6 de 6
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Proc. para la Det. de Hierro (Mét. de la Fenantrolina)</i>	Junio 2001	02	05-37

## 7. Cálculos

$$\text{Mg Fe/l} = \frac{\mu\text{g Fe (en 50 ml. de volumen final)}}{\text{ml. de muestra}}$$

## 8. Precauciones:

- Si las muestras presentan turbidez después de la digestión, filtrese la muestra a través de un filtro de membrana de 0.45  $\mu\text{m}$  en un matraz de vacío.
- La adición de un exceso de hidroxilamina elimina los errores causados por concentraciones excesivas de sustancias fuertemente oxidantes como fosfatos, cromo y zinc.
- Si existen cantidades apreciables de materia colorante u orgánica, puede ser necesario evaporar la muestra, llevar el residuo a combustión seca suave y volver a disolver en ácido (2 ml. de HCl + 5 ml. de  $\text{H}_2\text{O}$ ).

## 9. Bibliografía

- Gary D. Christian, Química Analítica (1981), México, Ed, LIMUSA.
- JENKINS, David Química del Agua.
- Manual de Laboratorio (1983), México, Ed.LIMUSA.
- Métodos Normalizados (1989) México, ED. Díaz de Santos, S.A. 17 edición.

## 10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María Orozco Villanueva <i>MO</i>	Junio 1999	2ª.	1 de 5
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Procedimiento para la Det. de Nitrógeno de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-38

**Procedimiento para la Determinación de Nitrógeno de Nitratos  
(Método Espectrofotométrico Ultravioleta NOM-AA-82-1986)**



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María Orozco Villanueva	Junio 1999	2ª	2 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Procedimiento para la Det. de Nitrógeno-de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-38

### Contenido

1. Objetivo.
2. Alcance.
3. Referencias.
4. Equipo y Materiales.
5. Soluciones y Reactivos.
6. Procedimiento.
7. Cálculos.
8. Precauciones.
- 9. Bibliografía.
10. Observaciones a la Técnica Analítica.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró: P. Biól. Leonel Salas Cortés	Elaboración: Junio 1999	Edición: 2ª	Página: 3 de 5
Revisó: Q.B.P. María Orozco Villanueva	Vigencia: Junio 2001	Revisión: 02	No. de Doc.: 05-38
Autorizó: Ql. Antonio A. Chávez Martínez			
Título: <i>Procedimiento para la Det. de Nitrógeno de Nitratos</i>			

**Procedimiento para la Determinación de Nitrógeno de Nitratos  
(Método Espectrofotométrico Ultravioleta NOM-AA-82-1986)**

**1.- Objetivo.**

Establecer el método para la determinación de nitrógeno de nitratos en agua.

**2.- Alcance.**

Este método es aplicable para agua potable que no presente turbiedad, color y con bajo contenido de materia orgánica.

**3.- Referencias.**

Contaminación del agua-determinación de nitrógeno de nitrato-método espectrofotométrico ultravioleta NOM-AA-82-1986.

**4.- Equipo y Materiales.**

*Equipo.*- Espectrofotómetro para usarse a 220 nm y 275 nm con celda de cuarzo de 1 cm o más de paso de luz.

*Material.*- Material común de laboratorio, papel filtro poro fino y filtro de membrana de 0.45µm.

**5.- Soluciones y Reactivos.**

*Solución Madre de Nitratos.*

Secar nitrato de potasio ( $KNO_3$ ) en una estufa a 105°C por 24 horas, enfriar en un desecador.

Pesar 0.7218 g de nitrato de potasio anhidro y diluir a 1000 cm<sup>3</sup> con agua destilada.

Preservar con 2 cm<sup>3</sup> de cloroformo ( $CHCl_3$ ).

1 cm<sup>3</sup> = 100µg N- $NO_3$ .

Esta solución es estable por seis meses.

*Solución Patrón Nitratos.*

Diluir 50 cm<sup>3</sup> de solución madre de nitratos a 500 cm<sup>3</sup> con agua destilada. 1 cm<sup>3</sup> = 10 µm N- $NO_3$

*Solución de Acido Clorhídrico 1 Normal.*

Diluir 83 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico concentrado (HCl) a 1000 cm<sup>3</sup> con agua destilada.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	P. Biól. Leonel Salas Cortés <i>LS</i>	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Q.B.P. María Orozco Villanueva <i>MB</i>	Junio 1999	2ª.	4 de 5
Autorizó:	Ql. Antonio A. Chávez Martínez <i>AC</i>	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Procedimiento para la Det. de Nitrógeno de Nitratos</i>	Junio 2001	02	05-38

## 6.- Procedimiento.

### Curva de Calibración.

- Diluir los siguientes volúmenes de la solución patrón y aforar a 50 cm<sup>3</sup>, 0, 1, 3, 7, 10, 15, 20, 30 y 35 cm<sup>3</sup>, obteniéndose las siguientes concentraciones: 0, 0.2, 0.6, 1.4, 2.0, 3.0, 4.0, 6.0, y 7.0 µg de N-NO<sub>3</sub>/cm<sup>3</sup> (de 0 a 350µg de N-NO<sub>3</sub>).
- Añadir 1cm<sup>3</sup> de HCl 1 N a cada una de las soluciones de la curva y agitar vigorosamente.
- Léase contra un blanco de agua destilada a 220 nm.

### Análisis de las Muestras.

- Tomar 50 cm<sup>3</sup> de muestra clara, filtrar si es necesario, primero por el papel de poro fino y posteriormente a través del filtro de membrana.
- Añadir 1 cm<sup>3</sup> de solución de HCl 1 N y agitar vigorosamente.
- Hacer las lecturas de absorbancia en la misma forma que la curva de calibración.
- Leer las absorbancias de las muestras a 275nm, para determinar interferencias debidas a materia orgánica.

## 7.- Cálculos.

### Corrección por Materia Orgánica Disuelta.

- Restar dos veces la lectura de absorbancia a 275 nm (A<sub>275</sub>) de la lectura de absorbancia a 220 nm (A<sub>220</sub>).
- Si el valor de la lectura a 275 nm es mayor del 10% del valor de la lectura a 220 nm, este método no es aplicable.

$$AC = A_{220} - 2(A_{275})$$

En caso de haber trazado la curva de calibración graficando las absorbancias obtenidas contra los µg correspondientes (de 0 a 350 µg), el contenido en µg N-NO<sub>3</sub> se determina mediante la siguiente formula:

$$\mu\text{g N-NO}_3/\text{cm}^3 = \frac{C}{V}$$

Donde:

C= µg leídos de la curva.

V= Volumen de muestra en cm<sup>3</sup> para el análisis.



Comisión del Agua del Estado de México  
Departamento de Laboratorio del Agua

Elaboró:	Ocean. Livier Cacho López	Elaboración:	Edición:	Página:
Revisó:	Biól. Rosa María Mejía Aupart	Junio 1999	2ª	5 de 5
Autorizó:	QI. Antonio A. Chávez Martínez	Vigencia:	Revisión:	No. de Doc.:
Título:	<i>Procedimiento para la Determinación del Ion Sulfato</i>	Junio 2001	02	05-39

*Corrección por el Color o Turbiedad de la Muestra.*

b) Corregir por color y turbiedad presentes en la muestra original, corriendo blancos sin cloruro de bario.

#### 7.- Cálculos.

El contenido del ion sulfato en mg/lit, se conoce aplicando la fórmula siguiente:

$$\text{Mg/lit SO}_4 = \frac{\text{mg SO}_4 \times 1000}{\text{ml. de muestra}}$$

#### 8.- Precauciones.

- Arriba de 40 mg/lit, decrece la exactitud del método y pierden estabilidad las suspensiones de sulfato de bario, utilizadas en los patrones.
- La velocidad de agitación no es crítica, pero debe ser constante para cada corrida de muestras y de patrones, y debe ajustarse a casi el máximo al cual no ocurran salpicaduras.
- Debido a que la turbiedad máxima se presenta generalmente dentro de los 2 minutos y que de ahí en adelante las lecturas permanecen constantes durante 3 a 10 minutos, se considera que la turbiedad es la máxima lectura obtenida durante el intervalo de 4 minutos.
- Cuando no hay interferencias y se efectúa un análisis cuidadoso, puede obtenerse una precisión del 5% o 2 mg/lit.

#### 9.- Bibliografía.

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Health Association, American Water Works Association. Water Pollution Control Federation. 14<sup>th</sup> Edition.
- Diccionario de Química y de Productos Químicos. Gessner G. Hawley. Ediciones Omega, S.A. 1975.
- NOM-AA-74-1981 "Análisis de Agua- Determinación del Ion Sulfato". Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

#### 10.- Observaciones a la Técnica Analítica.