

AVISO de consulta pública de los proyectos de normas mexicanas PROY-NMX-AA-012/1-SCFI-2009, PROY-NMX-AA-012/2-SCFI-2009, PROY-NMX-AA-087-SCFI-2009, PROY-NMX-AA-093-SCFI-2009, PROY-NMX-AA-117/1-SCFI-2009, PROY-NMX-AA-117/2-SCFI-2009, PROY-NMX-AA-153-SCFI-2009 y PROY-NMX-AA-154-SCFI-2009.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Economía.- Subsecretaría de Competitividad y Normatividad.- Dirección General de Normas.- Dirección de Normalización.

AVISO DE CONSULTA PUBLICA DE LOS PROYECTOS DE NORMAS MEXICANAS QUE SE ENLISTAN

La Secretaría de Economía, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 34 fracciones XIII y XXXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 51-A, 51-B de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y 19 fracciones I y XV del Reglamento Interior de esta Secretaría, publica el aviso de consulta pública de los proyectos de normas mexicanas que se enlistan a continuación, mismos que han sido elaborados y aprobados por el Comité Técnico de Normalización Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales (COTEMARNAT).

De conformidad con el artículo 51-A de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, estos proyectos de normas mexicanas, se publican para consulta pública a efecto de que dentro de los siguientes 60 días naturales los interesados presenten sus comentarios al Comité Técnico de Normalización Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales (COTEMARNAT) que los propuso, ubicado en Boulevard Adolfo Ruiz Cortines número 4209 piso 5, colonia Jardines en la Montaña 14210, México, D.F., o al correo electrónico pedro.sanchez@conagua.gob.mx con copia a esta Dirección General, dirigida a la dirección descrita en el párrafo siguiente.

El texto completo del documento puede ser consultado gratuitamente en la Dirección General de Normas de esta Secretaría, ubicada en Puente de Tecamachalco número 6, Lomas de Tecamachalco, Sección Fuentes, Naucalpan de Juárez, 53950, Estado de México o en el Catálogo Mexicano de Normas que se encuentra en la página de Internet de la Dirección General de Normas cuya dirección es <http://www.economia.gob.mx>.

CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
PROY-NMX-AA-012/1-SCFI-2009	ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DEL OXIGENO DISUELTO-METODO DE PRUEBA-PARTE 1-METODO IODOMETRICO (CANCELARA A LA NMX-AA-012-SCFI-2001).
Síntesis	
<p>Este proyecto de norma mexicana tiene como objetivo describir el método iodométrico para la medición del oxígeno disuelto en agua por el "Procedimiento Winkler" modificado a fin de tener en cuenta ciertas interferencias. Este proyecto de norma es de aplicación nacional y el campo de aplicación del método es para todo tipo de agua que tenga una concentración de oxígeno disuelto de al menos 0,2 mg/L, hasta el doble de la saturación de oxígeno (aproximadamente 20 mg/L), la cual está libre de sustancias interferentes. NOTA 1: Interfieren Sustancias orgánicas fácilmente oxidables tales como taninos, ácido húmico y ligninas. Compuestos de azufre oxidables tales como sulfuros y tiourea también interfieren, como sistemas de respiración activa los cuales fácilmente consumen el oxígeno. En presencia de tales sustancias es preferible el uso del método electroquímico especificado en B.1. Concentraciones de nitritos superiores a 15 mg/L no interfieren en la medición porque son destruidos por la adición de la azida de sodio.</p> <p>Si la oxidación o reducción de sustancias está presente, es necesario hacer modificaciones al método; éstas son descritas en la sección 9. Si está presente materia suspendida, capaz de fijar o consumir el yodo, el método debe ser aplicado con la modificación descrita en el anexo, pero es preferible el uso del método electroquímico.</p>	
PROY-NMX-AA-012/2-SCFI-2009	ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DEL OXIGENO DISUELTO EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-METODO DE PRUEBA-PARTE 2-METODO ELECTROQUIMICO (CANCELARA A LA NMX-AA-012-SCFI-2001).
Síntesis	
<p>1.1 El objetivo de este proyecto de norma mexicana es establecer un método electroquímico para la medición del oxígeno disuelto en agua por medio de una celda electroquímica la cual está aislada de la muestra por una membrana permeable al gas. Es de aplicación nacional.</p> <p>1.2 El campo de aplicación del presente proyecto de norma está definido dependiendo del tipo de prueba empleada, la medición puede ser hecha como concentración de masa de oxígeno en miligramos por litro, porcentaje de saturación (% de oxígeno disuelto) o ambos. El método mide el oxígeno en el agua desde un 0% hasta un 100% de saturación. Sin embargo, muchos instrumentos permiten</p>	

<p>mediciones de valores mayores al 100% i.e. sobresaturación.</p> <p>1.3 El método es apropiado para mediciones hechas en campo y para monitoreo continuo de oxígeno disuelto así como mediciones hechas en el laboratorio. Este método es el preferido para aguas muy coloreadas y turbias y asimismo para aguas conteniendo fierro y sustancias que fijen el yodo, tales como las que interfieren en el método iodométrico y que están indicadas en B.1. Los gases y vapores tales como el cloro, dióxido de azufre, sulfuro de hidrógeno, aminas, amoniaco, dióxido de carbono, bromo y yodo que se pueden difundir a través de la membrana, si están presentes, pueden interferir afectando la medición. Otras sustancias presentes en la muestra pueden interferir con el proceso de medición ya sea por obstrucción o deterioro de la membrana o corrosión de los electrodos. Estas sustancias incluyen solventes, aceites, sulfuros, carbonatos y algas.</p> <p>1.4 El método es apropiado para aguas naturales, residuales y salinas. Si es empleado en aguas salinas tales como agua marina, o de estuario, es esencial la corrección por salinidad.</p>	
PROY-NMX-AA-087-SCFI-2009	ANALISIS DE CALIDAD DEL AGUA-EVALUACION DE TOXICIDAD AGUDA CON <i>Daphnia magna</i> , Straus (Crustácea-Cladocera)-METODO DE PRUEBA (CANCELARA A LA NMX-AA-087-1995-SCFI).
Síntesis	
<p>El presente proyecto de norma mexicana establece el método para la medición de toxicidad aguda, utilizando al organismo dulceacuícola <i>Daphnia magna</i>, Straus 1820 (Crustácea-Cladocera). Este método es aplicable para la evaluación de toxicidad aguda en aguas y en sustancias solubles en agua. En cuerpos de agua dulce, aguas residuales industriales y municipales, efluentes agrícolas y sustancias puras o combinadas disolubles o lixiviados y la fracción solubilizable en suelos y sedimentos. Es de aplicación nacional.</p>	
PROY-NMX-AA-093-SCFI-2009	ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DE LA CONDUCTIVIDAD ELECTRICA-METODO DE PRUEBA (CANCELARA A LA NMX-AA-093-SCFI-2000).
Síntesis	
<p>Este proyecto de norma mexicana es de aplicación nacional y especifica un método para la medición de la conductividad eléctrica en todos los tipos de agua. NOTA 1: En algunos casos, los valores absolutos son importantes, en otros casos sólo los cambios relativos son de interés. Este proyecto de norma es aplicable para aguas naturales, residuales y residuales tratadas.</p>	
PROY-NMX-AA-117/1-SCFI-2009	ANALISIS DE AGUA-MEDICION DE HIDROCARBUROS TOTALES DE PETROLEO (HTP) EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-METODO DE PRUEBA-PARTE 1-METODO POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJO (CANCELARA A LA NMX-AA-117-SCFI-2001).
Síntesis	
<p>Este proyecto de norma mexicana es de aplicación nacional y especifica un método de prueba para la determinación de hidrocarburos totales de petróleo (HTP) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. El intervalo de trabajo del método es de 0,1 mg/L a 40 mg/L y puede ser extendido por dilución del extracto de la muestra. El campo de aplicación es aguas naturales, aguas residuales y aguas residuales tratadas. El método no es aplicable a la medición cuantitativa del contenido de aceites minerales volátiles. Sin embargo, sobre el espectro de referencia, se puede obtener la información cualitativa y la composición de la contaminación por aceite mineral.</p>	
PROY-NMX-AA-117/2-SCFI-2009	ANALISIS DE AGUA-MEDICION DE HIDROCARBUROS TOTALES DE PETROLEO (HTP) EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-METODO DE PRUEBA-PARTE 2-METODO POR CROMATOGRAFIA DE GASES (CANCELARA A LA NMX-AA-117-SCFI-2001).
Síntesis	
<p>Este proyecto de norma mexicana especifica un método para la medición del índice de hidrocarburos del petróleo en aguas por medio de cromatografía de gases. Es de aplicación nacional. El campo de aplicación es aguas naturales, aguas residuales y aguas residuales tratadas y permite la medición de un índice de hidrocarburos del petróleo en concentraciones por encima de 0,1 mg/L. El método no es aplicable a la medición cuantitativa del contenido de aceites minerales volátiles. Sin embargo, sobre el cromatograma y de los picos de referencia, se puede obtener la información cualitativa y la composición de la</p>	

contaminación por aceite mineral.	
NOTA 1 La concentración total de la grasa animal y vegetal en la muestra no debe exceder de 150 mg/L, ya que con valores más altos la capacidad de adsorción del empaque de la columna de limpieza puede ser insuficiente.	
NOTA 2 En el caso de agua residual altamente contaminada, especialmente si contiene una alta cantidad de agentes tensoactivos, podría ocurrir una pérdida en la recuperación de los hidrocarburos.	
PROY-NMX-AA-153-SCFI-2009	ANALISIS DE AGUA-MUESTREO-GUIA PARA EL MUESTREO DE AGUAS SALINAS.
Síntesis	
Este proyecto de norma es de aplicación nacional y proporciona las guías sobre los principios a ser aplicados para el diseño de los programas de muestreo, técnicas de muestreo y el manejo y preservación de muestras de agua salina y salinas interiores epicontinentales, de zonas de marea (por ejemplo, estuarios, regiones costeras y el mar abierto, etc.). No aplica a la recolecta de muestras para análisis microbiológicos o biológicos. Para la guía general de muestreo véase A.4.	
PROY-NMX-AA-154-SCFI-2009	ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DE NITROGENO DE NITRITOS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES, RESIDUALES TRATADAS Y MARINAS-METODO DE PRUEBA.
Síntesis	
Este proyecto de norma mexicana es de aplicación nacional y especifica un método de prueba espectrofotométrico para la determinación de nitrógeno de nitritos. El método es aplicable en aguas naturales, residuales, residuales tratadas incluyendo, el agua de mar y efluentes en un intervalo de (0,01 a 1) mg/L de N-NO ₂ .	

México, D.F., a 28 de junio de 2010.- El Director General de Normas, **Francisco Ramos Gómez**.- Rúbrica.



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-012/1-SCFI-2009

**ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DEL OXÍGENO
DISUELTO – MÉTODO DE PRUEBA- PARTE 1- MÉTODO
IODOMÉTRICO-(CANCELA A LA NMX-AA-012-SCFI-
2001)**

**WATER ANALYSIS – DETERMINATION OF DISSOLVED
OXYGEN – TEST METHOD-PART 1- IODOMETRIC METHOD**



PREFACIO

En la elaboración del presente proyecto norma mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CENICA
- CIATEC, A.C.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- ECCACIV, S. A. DE C. V.
- ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN, A.C.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB



- INTEMA, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.
Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental
(CITSA)
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE
C.V.
- LABORATORIO DE SERVICIOS CLÍNICOS Y ANÁLISIS
TOXICOLÓGICOS S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL
- LABORATORIO SERVICIOS AMBIENTALES
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A.
DE C.V.
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO PAJARITOS
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
División de Ciencias Biológicas y de la Salud
Departamento de Biotecnología. Ciencia y Tecnología Ambiental.
Departamento de Hidrobiología
- UNIVERSIDAD DEL NORESTE, A.C.
UNELAB - Centro multidisciplinario de servicios ambientales y de alimentos
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química
Instituto de Biología
Instituto de Ingeniería



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2 RESUMEN DEL MÉTODO	2
3 REFERENCIAS	2
4 DEFINICIONES	3
5 SEGURIDAD	3
6 INTERFERENCIAS	3
7 EQUIPOS Y MATERIALES	6
8 REACTIVOS	6
9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	9
10 CONTROL DE CALIDAD	11
11 PROCEDIMIENTO	12
12 CÁLCULOS	14
13 MANEJO DE RESIDUOS	15
APÉNDICE NORMATIVO A	15
14 BIBLIOGRAFIA	17
15 VIGENCIA	18
16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	18



**PROYECTO DE NORMA MEXICANA
PROY-NMX-AA-012/1-SCFI-2009**

**ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DEL OXÍGENO
DISUELTO – MÉTODO DE PRUEBA- PARTE 1- MÉTODO
IODOMÉTRICO-(CANCELA A LA NMX-AA-012-SCFI-
2001)**

**WATER ANALYSIS – DETERMINATION OF DISSOLVED
OXYGEN – TEST METHOD-PART 1- IODOMETRIC METHOD**

0 INTRODUCCIÓN

El método iodométrico es el método de referencia para la medición del oxígeno disuelto en agua.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este proyecto de norma mexicana tiene como objetivo describir el método iodométrico para la medición del oxígeno disuelto en agua por el "Procedimiento Winkler" modificado a fin de tener en cuenta ciertas interferencias.

Como campo de aplicación para este método es para todo tipo de agua que tenga una concentración de oxígeno disuelto de al menos 0,2 mg/L, hasta el



doble de la saturación de oxígeno (aproximadamente 20 mg/L), la cual está libre de sustancias interferentes.

NOTA 1

Interfieren Sustancias orgánicas fácilmente oxidables tales como taninos, ácido húmico y ligninas. Compuestos de azufre oxidables tales como sulfuros y tiourea también interfieren, como sistemas de respiración activa los cuales fácilmente consumen el oxígeno. En presencia de tales sustancias es preferible el uso del método electroquímico especificado en la NMX-AA-012-SCFI.

Concentraciones de nitritos superiores a 15 mg/L no interfieren en la medición porque son destruidos por la adición de la azida de sodio.

Si la oxidación o reducción de sustancias está presente, es necesario hacer modificaciones al método; éstas son descritas en la sección 9.

Si está presente materia suspendida, capaz de fijar o consumir el yodo, el método debe ser aplicado con la modificación descrita en el anexo, pero es preferible el uso del método electroquímico.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

2.1 El oxígeno disuelto en la muestra reacciona con el hidróxido de manganeso (II) recientemente precipitado [formado por la adición de hidróxido de sodio o potasio al sulfato de manganeso (II)].

2.2 La acidificación, y oxidación del yodo por mayor número de valencia del compuesto de manganeso así formado, libera una cantidad equivalente de yoduro. Determinar la cantidad de yodo liberado por valoración con tiosulfato de sodio.

3 REFERENCIAS



Para la correcta aplicación del presente proyecto de norma mexicana, se deben consultar las siguientes normas vigentes:

NMX-AA-012-SCFI, Análisis de agua.-determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.- Método de prueba.

NMX-AA-089/1, Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 1

NMX-AA-089/2, Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 2

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de este documento, aplican los términos y definiciones contenidos en: NMX-AA-089/1 y NMX-AA-089/2.

5 SEGURIDAD

5.1 El H_2SO_4 es un ácido altamente corrosivo, manejarlo con precaución.

6 INTERFERENCIAS

6.1 Presencia de sustancias oxidantes

6.1.1 Fundamento

Determinar, por valoración de una segunda muestra, el contenido de cualesquier sustancia que pudiera oxidar el oxígeno disuelto. La expresión del resultado obtenido se hará conforme a la sección 12.

6.1.2 Procedimiento

6.1.2.1 Colectar 2 muestras tal como se especifica en 9.1 del presente documento.



6.1.2.2 Llevar a cabo la medición del oxígeno disuelto en una de las muestras siguiendo el procedimiento especificado en la sección 11.

6.1.2.3 Transferir cuantitativamente la segunda muestra a un matraz erlenmeyer. Añadir 1,5 mL de la disolución de ácido sulfúrico (8.2) [o el volumen correspondiente de la disolución de ácido fosfórico (ver la nota de pie de página en 8.2)], después adicionar 2 mL del reactivo alcalino (8.4) y 1 mL de la disolución de sulfato de manganeso (II) [8.5]. Dejar reposar por 5 min. Valorar con la disolución de tiosulfato de sodio (8.7), empleando la disolución de almidón (8.8), adicionado cerca del punto final de la valoración.

6.1.3 Expresión de resultados

El contenido de oxígeno disuelto, expresado en miligramos de oxígeno por litro, es dado por la formula

$$\frac{A_r \cdot V_2 \cdot \gamma \cdot f_1}{4 \cdot V_1} = \frac{A_r \cdot V_4 \cdot \gamma}{4 \cdot V_3}$$

Donde:

A_r , V_1 , V_2 , γ y f_1 tiene el mismo significado que el dado en la sección 9;
 V_3 es el volumen, en mililitros, del frasco conteniendo la segunda muestra
 V_4 es el volumen, en mililitros, de la disolución de tiosulfato de sodio (8.7) empleado en la titulación de la segunda muestra.

6.2 Presencia de sustancias reductoras

6.2.1 Fundamento

Oxidar la sustancias reductoras en la primera y segunda muestras por adición de un exceso de disolución de hipoclorito de sodio

Determinar el contenido de oxígeno disuelto de una de las muestras.

Determinar el exceso de hipoclorito de sodio en la segunda muestra.

6.2.2 Reactivos

Los reactivos especificados en la sección 8, y

6.2.2.1 Hipoclorito de sodio, disolución conteniendo aproximadamente 4 g de cloro libre por litro, obtenido por dilución de una disolución concentrada de hipoclorito de sodio de marca comercial, la concentración real será determinada por yodometría.

6.2.3 Procedimiento

6.2.3.1 Colectar 2 muestras tal como se establece en la sección 9.

6.2.3.2 Añadir a ambas muestras 1 mL (o, si es necesario, una cantidad mayor, medida exactamente) de la disolución de hipoclorito de sodio (6.2.2.1) [ver la nota de pie de página 8.7]. Tapar los frascos y mezclar.

Proceder con una de las muestras tal como se especifica en la sección 8 y con la otra como se especifica en 6.1.2.3.

6.2.4 Expresión de resultados

El contenido de oxígeno disuelto, expresado en miligramos de oxígeno por litro, es dado por la formula

$$\frac{M_r \cdot V_2 \cdot c \cdot f_2}{4 \cdot V_1} = \frac{M_r \cdot V_4 \cdot c}{4 \cdot (V_3 - V_5)}$$

Donde

M_r , V_1 , V_2 , y c tienen el mismo significado que el dado en la sección 9;

V_3 y V_4 tienen el mismo significado que en 6.1.3;

V_5 es el volumen, en mililitros, de la disolución de hipoclorito de sodio adicionado a la muestra (usualmente $V_5 = 1$ mL);

$$f_2 = \frac{V_0}{V_0 - V_5 - V'}$$



Donde

V' tiene el mismo significado que en la sección 12,
 V_0 es el volumen, en mililitros, del frasco que contiene la primera muestra.

7 EQUIPOS Y MATERIALES

Equipo usual de laboratorio, y

7.1 Recipientes de vidrio de boca angosta, de una capacidad entre 60 y 300 mL, calibrado con aproximación a 1 mL, con tapón (Frascos Winkler, o cualquier otro frasco disponible, preferiblemente de hombros rectos). Cada frasco y su tapón deberán tener el mismo número de identificación. El volumen de cada frasco se puede determinar por pesada.

NOTA 2: Para prevenir la pérdida del sello hidráulico es recomendable el uso de contratapas para los frascos Winkler; o cualquier otro medio que permita proteger de la evaporación.

7.2 Bureta, con capacidad mínima de 5 mL.

8 REACTIVOS

Durante el análisis, emplear únicamente reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada o agua de pureza equivalente.

8.1 Agua, agua que cumpla con las siguientes características:

- Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 °C: 5,0 máximo, y
- pH: 5,0 a 8,0 unidades de pH.

8.2 Ácido sulfúrico, disolución¹.

¹ Si se sospecha la presencia de fierro trivalente, emplear ácido fosfórico (H_3PO_4), $\rho = 1,70 \text{ g/mL}$



Cuidadosamente añadir 500 mL de ácido sulfúrico concentrado $\rho = 1,84$ g/mL) a 500 mL de agua, agitando de forma continua.

8.3 Ácido sulfúrico, disolución, $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/L}$.

8.4 Reactivo alcalino yoduro-azida

PRECAUCIÓN – La azida de sodio (NaN_3) es un veneno extremadamente fuerte. Si se sabe que la muestra no contiene nitritos, este reactivo debe ser omitido.

Disolver 35 g de hidróxido de sodio (NaOH) [ó 50 g de hidróxido de potasio (KOH)] y 30 g de yoduro de potasio (KI) [ó 27 g de yoduro de sodio (NaI)] en aproximadamente 50 mL de agua.

De manera separada disolver 1 g de azida de sodio (NaN_3) en unos pocos mililitros de agua. Mezclar ambas disoluciones y diluir a 100 mL. Almacenar la disolución en un frasco de vidrio ámbar, bien cerrado. Después de la dilución y acidificación, este reactivo no deberá mostrar color alguno en presencia de la disolución indicadora (8.8).

8.5 Sulfato de manganeso (II) anhidro, disolución de 340 g/L (o Sulfato de manganeso monohidratado ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), disolución 380 g/L).

Opcionalmente, emplear Cloruro de Manganeso (II) tetrahidratado ($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), disolución de 450 g/L.

Filtrar cualquiera de las disoluciones si no es clara.

8.6 Yodato de potasio, disolución estándar, $c(1/6 \text{KIO}_3) = 10 \text{ mmol/L}$

Secar unos pocos gramos de yodato de potasio (KIO_3) a (101-105) °C, por una hora. Pesar 3,567 g \pm 0,003 g y disolver en agua. Diluir a 1 000 mL. Tomar una alícuota de 100 mL y diluir con agua hasta los 1 000 mL en un matraz volumétrico.

$$c'_{\text{KIO}_3} = \left(\frac{m_{\text{KIO}_3}}{M_{\text{KIO}_3} \cdot V_0} \right) \cdot \left(\frac{V_a}{V_i} \right)$$

Donde:

c'_{KIO_3} es la concentración de cantidad de yodato de potasio en milimoles por litro



M_{KIO_3} es la masa molecular del iodato de potasio

V_0 es el volumen de la disolución inicial de iodato de potasio (1000 mL)

m_{KIO_3} es la masa en gramos del iodato de potasio.

V_a es el volumen de la alícuota de iodato de potasio (100 mL)

V_i es el volumen de la segunda dilución de iodato de potasio (1000 mL)

8.7 Tiosulfato de sodio, disolución estándar volumétrica, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 10$ mmol/L.

Disolver 6,205 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y disolver en agua, añadir 1,5 mL de $c(\text{NaOH}) = 6$ mol/L o 0,4 g de NaOH en escamas y diluir a 1000 mL.

Valoración

Disolver, en un matraz Erlenmeyer, aproximadamente 0,5 g de yoduro de potasio o sodio (KI o NaI) en (100 a 150) mL de agua. Añadir 5 mL de la disolución de ácido sulfúrico de 2 mol/L (8.3).

Mezclar y añadir 20 mL de la disolución estándar de yodato de potasio (8.6). Diluir a aproximadamente 200 mL e inmediatamente valorar el yodo liberado con la disolución de tiosulfato de sodio, adicionando la disolución indicadora (8.8) hacia el final de la valoración cuando se logra un color amarillo claro, y entonces valorar hasta decoloración completa.

La concentración γ , expresada en milimoles por litro, está dada por la ecuación

$$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{v_{\text{KIO}_3} \cdot V_{\text{KIO}_3} \cdot c'_{\text{KIO}_3}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}$$

Donde:

$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ es la concentración de cantidad de tiosulfato de sodio en mmol/L (milimoles por litro)

V_{KIO_3} es el volumen de la alícuota de iodato de potasio (20 mL)

c_{KIO_3} es la concentración de cantidad del iodato de potasio en mmol/L (milimoles por litro)

v_{KIO_3} es el factor estequiométrico del iodato de potasio con respecto al tiosulfato, con un valor de 6.



Valorar la disolución antes de utilizarla.

8.8 Almidón ($C_6H_{10}O_5$)_n, disolución recientemente preparada, 10 g/L.

NOTA 3: Otros indicadores apropiados para la técnica pueden ser empleados (p.e. Alcohol Polivinílico al 10 %, el cual exhibe el mismo vire que el almidón)

8.9 Fenolftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$), 1 g/L disolución alcohólica en etanol.

8.10 Yodo, disolución de aproximadamente 0,005 mol/L.

Disolver (4 ó 5) g de yoduro de potasio o sodio en un poco de agua y añadir aproximadamente 130 mg de yodo. Después de que el yodo se disuelva, diluir a 100 mL.

8.11 Yoduro de potasio (KI) o yoduro de sodio (NaI).

8.12 Etanol (CH_3CH_2OH)

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

9.1 Recolección de muestras.

9.1.1 A menos que se tenga que proceder de otra manera, colectar la muestra con el frasco (7.1) en el cual se llevará a cabo la medición.

9.1.2 La alícuota de prueba consiste de todo el contenido del frasco llenado, en todos los casos se deberá formar un sello hidráulico en la boca del frasco para prevenir el intercambio gaseoso de la muestra con la atmósfera.

NOTA 4: – En presencia de sustancias oxidantes o reductoras, es necesario tomar una segunda muestra de prueba (ver 6.1.2.1 y 6.2.3.1).

9.1.3 Muestreo de aguas superficiales



9.1.3.1 Llenar el frasco (7.1) hasta rebosar, teniendo cuidado para evitar cualquier cambio en la concentración del oxígeno disuelto. El punto de muestreo deberá ser donde haya una corriente continua, sin remolinos, y de suficiente profundidad para sumergir el frasco.

9.1.3.2 Para aguas someras, es preferible el uso del método electroquímico.

9.1.3.3 Después de eliminar cualquier burbuja de aire que pudiera haberse adherido al vidrio, inmediatamente fijar el oxígeno disuelto (ver 9.2).

9.1.4 Muestreo de agua en tuberías de distribución

9.1.4.1 En caso de que la tubería no cuente con una válvula de paso o desfogue, de ser posible conectar una tubería de material inerte a la entrada y extender la tubería hacia la entrada del frasco (7.1) y hasta el fondo del mismo.

9.1.4.2 Llenar el frasco por rebosamiento con un volumen de agua el cual es aproximadamente 10 veces el volumen del frasco, evitando la turbulencia. Inmediatamente después de eliminar cualquier burbuja de aire que pudiera haberse adherido al vidrio, fijar el oxígeno disuelto (ver 9.2).

9.1.5 Muestreo de agua a diferentes profundidades

9.1.5.1 Emplear un muestreador especial, que soporte el frasco (7.1), equipado con un tubo de plástico conectado a la boca del mismo.

9.1.5.2 El frasco es llenado por desplazamiento del aire contenido en la botella. Prevenir la formación de turbulencia durante el llenado. Algunos tipos de equipos de muestreo permiten el llenado de varios frascos al mismo tiempo.

9.2 Fijación del oxígeno

9.2.1 Después de que se tomó la muestra, y preferiblemente *in situ*, añadir inmediatamente al frasco, que contiene la muestra, 1 mL de la disolución de sulfato de manganeso (II) [8.5] y 2 mL del reactivo alcalino (8.4). Empleando pipetas con punta angosta, la cual se introduce dentro del líquido y dispensar los reactivos. Colocar el tapón cuidadosamente para prevenir la introducción de burbujas de aire.



9.2.2 Si algún otro método es aplicado, tomar las precauciones necesarias para asegurar que el contenido de oxígeno de la muestra no es modificado.

9.2.3 Mezclar completamente el contenido del frasco varias veces por inversión. Permitir que el precipitado que se formó se asiente por al menos 5 min y entonces volver a mezclar por inversión para asegurar que la mezcla es homogénea.

9.2.4 El frasco deberá entonces ser transportado al laboratorio.

9.3 Almacenamiento:

9.3.1 Si se le protege de la luz, la muestra puede ser almacenada por hasta 24 h. Se recomienda almacenar la muestra a una temperatura menor o igual a 20 °C.

9.3.2 Si la muestra es analizada después de transcurridas 24 h, se le deberá añadir el ácido sulfúrico (8.2) tal como se especifica en el punto 11.3.1.

NOTA 5: Si se mantienen todas las condiciones de preservación aquí indicadas (punto 9.1.2, 9.2, 9.3), la muestra se puede conservar hasta por 4 días.

10 CONTROL DE CALIDAD

10.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.

10.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

10.2.1 Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis.

10.2.2 Las bitácoras del analista y del equipo en las que se contengan los siguientes datos:

- a) Identificación de la muestra;
- b) Fecha del análisis;
- c) Procedimiento cronológico utilizado;



- d) Cantidad de muestra utilizada;
- e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
- f) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados;
- g) Mantener un respaldo de la información.

De tal forma que permita a un evaluador externo reconstruir cada determinación mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.

10.3 Cada vez que se adquiriera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.

10.4 El reporte de la prueba deberá contener la siguiente información:

- a) una identificación precisa de la muestra;
- b) referencia al uso de este método;
- c) los resultados, y el método de expresión empleado;
- d) la temperatura ambiente;
- e) cualquier detalle especial el cual se haya notado durante la medición;
- f) detalles de cualesquier operación no especificada en este proyecto de norma mexicana o considerada como opcional.

10.5 Reproducibilidad del método (informativo)

Determinaciones duplicadas, con 10 grados de libertad, de oxígeno disuelto en agua saturada con aire [rango de (8,5 a 9) mg/L], analizadas por separado en cuatro laboratorios, dieron desviaciones estándar entre lotes de entre 0,03 mg y 0,05 mg de oxígeno disuelto por litro.

11 PROCEDIMIENTO

11.1 En presencia de material suspendido capaz de fijar o consumir yodo, o si hay duda al respecto de la presencia de dicho material, proceder como se describe en el Apéndice Normativo o, preferiblemente, determinar el oxígeno disuelto por el método electroquímico especificado en la NMX-AA-012/2 vigente.



11.2 Prueba para evaluar la presencia de sustancias oxidantes o reductoras.

11.2.1 Si se presume que la presencia de agentes oxidantes o reductores interferirá con los resultados, tomar una alícuota de 50 mL del agua a ser analizada y neutralizar en la presencia de 2 gotas de la disolución de fenolftaleína (8.9).

11.2.2 Añadir 0,5 mL de la disolución de ácido sulfúrico (8.2), unos pocos cristales (una cantidad aproximada de 0,5 g) de yoduro de potasio o sodio (8.11) y unas pocas gotas de la disolución almidón (8.8).

11.2.3 Si la disolución se torna azul, sustancias oxidantes se encuentran presentes.

11.2.4 Si la disolución permanece incolora, añadir 0,2 mL de la disolución de yodo (8.10) y agitar. Reposar por 30 s. Si no aparece un color azul, están presentes sustancias reductoras.²

11.2.5 En presencia de sustancias oxidantes, proceder como se especifica en el Anexo.

11.2.6 En presencia de sustancias reductoras, proceder como se especifica en 6.2.

11.2.7 En ausencia de sustancias oxidantes o reductoras, proceder como se especifica en 11.3.

11.3 Liberación de yodo

11.3.1 Asegurarse de que el precipitado que se había formado se ha sedimentado en el tercio inferior del frasco.

11.3.1 Añadir lentamente 1,5 mL de la disolución de ácido sulfúrico (8.2) [o un volumen equivalente de la disolución de ácido fosfórico (ver la nota de pie de

² Una cantidad adicional de la disolución de yodo permite evaluar el volumen de la disolución de hipoclorito de sodio a ser añadido en 6.2.3.



página indicada en 8.2)], tapar el frasco, entonces mezclar el contenido hasta que todo el precipitado haya sido disuelto y el yodo distribuido uniformemente.

NOTA 6: – Si la valoración será llevada a cabo directamente en el frasco, una alícuota de la porción clara, el líquido sobrenadante, deberá ser extraída cuidadosamente, antes de añadir el ácido sulfúrico, sin alterar el sedimento.

NOTA 7: – Se recomienda que la alícuota extraída del frasco no sea mayor al 2 % del volumen total del frasco (aproximadamente 6 mL); para no afectar al resultado final.

11.4 Valoración

11.4.1 Transferir el contenido del frasco o una alícuota del contenido (volumen V_1) a un matraz Erlenmeyer.

11.4.2 Valorar con disolución de tiosulfato de sodio (8.7), empleando la disolución de almidón (8.8), añadido cerca del punto final de la valoración.

12 CÁLCULOS

12.1 El contenido de oxígeno disuelto, expresado en miligramos de oxígeno por litro, es dado por la fórmula

$$\gamma(O_2) = \frac{A_r \cdot V_2 \cdot \gamma \cdot f_1}{4 \cdot V_1}$$

Donde

- $\gamma(O_2)$ es la concentración de masa de Oxígeno en mg/L
 A_r es la masa molecular relativa del oxígeno ($A_r = 32$);
 V_1 es el volumen, en mililitros, de muestra o la alícuota de prueba ($V_1 = V_0$ si todo el contenido del frasco es titulado);
 V_2 es el volumen, en mililitros, de la disolución de tiosulfato de sodio (8.7) empleada al valorar el contenido del frasco o la alícuota de prueba;



γ es la concentración actual, expresada en milimoles por litro, de la disolución de tiosulfato de sodio (8.7);

$$f_1 = \frac{V_0}{V_0 - V'}$$

donde

V_0 es el volumen, en mililitros, del frasco (7.1),
 V' es la suma de los volúmenes de la disolución de sulfato de manganeso (II) [8.5] { 1 mL } y el reactivo alcalino (8.4) [2 mL].

12.2 Reportar el resultado con aproximación a un decimal.

13 MANEJO DE RESIDUOS

13.1 Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referente al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

13.2 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de seguridad e higiene el destino final de los residuos generados durante la determinación.

13.3 Los desechos ácidos y alcalinos se deben neutralizar para su posterior desecho.

13.4 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

APÉNDICE NORMATIVO A



Procedimiento modificado aplicable cuando se encuentre presente³ material suspendido, capaz de fijar o consumir oxígeno

A.1 Fundamento

Floculación y separación del material suspendido por arrastre con hidróxido de aluminio.

A.2 Reactivos

Los especificados en la sección 8, y

A.2.1 Sulfato de aluminio y potasio dodecahidratado [AlK(SO₄)₂·12H₂O], disolución al 10% (m/m).

A.2.2 Amoniaco, disolución, $c(\text{NH}_3) = 13 \text{ mol/L}$, $\rho = 0,91 \text{ g/mL}$.

A.2.3 Procedimiento

Llenar un frasco de una capacidad aproximada de 1 000 mL, con tapa, hasta rebosar con el agua a ser analizada, tomando en cuenta las precauciones dadas en la sección 7.

Empleando una pipeta, introducir por debajo de la superficie del líquido 20 mL de la disolución de sulfato de aluminio y potasio (A.2.1) y 4 mL de la disolución de amoniaco (A.2.2).

Tapar el frasco y mezclar vigorosamente por inversión varias veces. Permitir que el precipitado se asiente.

Sifonear el líquido claro que se encuentra en la parte superior, en 2 frascos (7.1).

³ En este caso, el método descrito en la NMX-AA-012/2-SCFI vigente es también recomendado.



Verificar la presencia de sustancias oxidantes o reductoras tal como se especifica en 6.2, y proceder como se especifica en 6.1, 6.2, 9.2, 11.3 y 11.4 según sea apropiado.

A.2.4 Expresión de resultados

Multiplicar la formula apropiado dada en las sección 6.1, 6.2 y 12 por el siguiente factor de corrección:

$$\frac{V_6}{V_6 - V''}$$

Donde

V_6 es el volumen, en mililitros, del frasco empleado en la sección 7.1 para la toma de muestra

V'' es la suma de los volúmenes de las disoluciones de sulfato de aluminio (A.2.1) [20 mL] y amoniaco (A.2.2) [4 mL].

14 BIBLIOGRAFIA

14.1 Montgomery, H.A.C., Thom, N.S., y Cockburn, A. "Determination of dissolved oxygen by the Winkler method and the solubility of oxygen in pure and sea water". J. Appl. Chem. 14 1964 : 280-295.

14.2 Carpenter, J.H. "The accuracy of the Winkler method for dissolved oxygen analysis". Limnol. Oceanogr. 10 1965 : 135-140.

14.3 Carpenter, J.H. "New measurements of oxygen solubility in pure and natural water". Limnol. Oceanogr. 11 1966 : 264-277.

14.4 ISO 5813:1983 Water Quality – Determination of dissolved oxygen – Iodometric method



15 VIGENCIA

La presente Norma Mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de la declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Este proyecto de norma mexicana coincide básicamente con la Norma Internacional ISO 5813:1983 Water Quality – Determination of dissolved oxygen – Iodometric method y difiere en los siguientes puntos:

Se incluyeron los capítulos 0 Introducción, que derivó de una parte del Objetivo de la misma norma ISO; lo anterior, dado que ésta (norma ISO) no cuenta con este capítulo; 4 Definiciones, 5 Seguridad, 13 Manejo de Residuos, 10 Control de Calidad; ya que dichos puntos no están contemplados por la norma ISO, pero es un requisito del cuerpo de la norma.

México D.F., a

**DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**