

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.	
<p>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.</p> <p>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.</p>	
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-117/1-SCFI - 2009

**ANÁLISIS DE AGUA.- MEDICIÓN DE HIDROCARBUROS
TOTALES DE PETRÓLEO (HTP) EN AGUAS NATURALES,
RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS- MÉTODO DE
PRUEBA- PARTE 1- MÉTODO POR ESPECTROSCOPIA
INFRARROJO - (CANCELA A LA NMX-AA-117-SCFI -
2001)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL PETROLEUM
HYDROCARBONS (TPH) IN NATURAL, WASTEWATERS AND
TREATED WASTEWATERS - TEST METHOD- PART 1: METHOD
FOR INFRARED SPECTROSCOPY**



PREFACIO

En la elaboración del presente proyecto de 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
- 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, UNIDAD IZTAPALAPA
Departamento de Biotecnología, Ciencia y Tecnología Ambiental.
- 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 DE CONTENIDO

Número de capítulo	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2 PRINCIPIO	2
3 REFERENCIAS	2
4 DEFINICIONES	2
5 INTERFERENCIAS	3
6 SEGURIDAD	3
7 EQUIPOS Y MATERIALES	4
8 REACTIVOS	4
9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	6
10 PROCEDIMIENTO GENERAL	6
11 CALIBRACIÓN DEL EQUIPO	8
12 CÁLCULOS	8
13 MANEJO DE RESIDUOS	9
14 EXPRESIÓN DE RESULTADOS	9
15 BIBLIOGRAFÍA	9
16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	10



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-117/1-SCFI - 2009

ANÁLISIS DE AGUA.- MEDICIÓN DE HIDROCARBUROS TOTALES DE PETRÓLEO (HTP's) EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS- MÉTODO DE PRUEBA- PARTE 1- MÉTODO POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJO - (AMBAS PARTES CANCELAN A LA NMX-AA- 117-SCFI-2001)

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL PETROLEUM
HYDROCARBONS (TPH) IN NATURAL, WASTEWATERS AND
TREATED WASTEWATERS - TEST METHOD- PART 1: METHOD FOR
INFRARED SPECTROSCOPY**

0 INTRODUCCIÓN

La determinación de compuestos orgánicos de origen del petróleo es de suma importancia en aguas residuales y naturales por su efecto de disminuir el contenido de oxígeno en el agua. Asimismo disminuyen la tensión superficial del agua, por lo que se afecta a los ecosistemas.

El método permite la determinación de estos compuestos empleando un proceso de extracción seguida de una determinación espectroscópica.

Este procedimiento está basado en el método 418.1 "Total Petroleum Hydrocarbons Recoverable", "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, 1983, pp 5-7.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este proyecto de norma mexicana 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.

2 PRINCIPIO

El método se basa en la extracción de los compuestos orgánicos no polares de la muestra, principalmente hidrocarburos del petróleo por su afinidad al tetracloruro de carbono. Los hidrocarburos disueltos en el tetracloruro de carbono se determinan cuantitativamente por comparación de la absorbancia leída a una longitud de onda de $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ (correspondiente a la región media infrarroja del espectro electromagnético), con una curva de calibración preparada con tres tipos de hidrocarburos.

3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma mexicana se deben consultar las siguiente normas vigentes o las normas mexicanas que las adopten:

NMX-AA-117-SCFI-2001 Análisis de agua - Determinación de Hidrocarburos Totales del Petróleo (HTP's) en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas - método de prueba

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana se establecen las siguientes definiciones:

4.1 Hidrocarburos totales del petróleo (HTP).

Son los compuestos orgánicos que son extraídos de la muestra con tetracloruro de carbono, no son adsorbidos en sílica gel y absorben energía a una longitud de onda de $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$.

5 INTERFERENCIAS

- 5.1** El tetracloruro de carbono disuelve no solamente los HTP, sino también algunas sustancias como azufre elemental, tintes, polímeros, grasas y aceites de origen animal y vegetal. Por lo que es necesario usar material de vidrio para el muestreo.
- 5.2** Existen pérdidas de algunos compuestos volátiles.
- 5.3** Existen pérdidas por la adsorción de la sílica gel de algunos componentes tales como compuestos aromáticos, hidrocarburos clorados, sulfurados y/o nitrogenados.
- 5.4** Los ácidos grasos y las grasas vegetales y animales interfieren en el análisis, por lo que se tratan de eliminar con la utilización de la sílica gel.

6 SEGURIDAD

- 6.1** La preparación de todos los reactivos usados en este método debe efectuarse bajo una campana de extracción. Consulte las hojas de seguridad sobre manipulación y disposición de éstos.
- 6.2** No se ha determinado la carcinogenicidad de todos los reactivos, por lo que cada sustancia química debe tratarse como peligro potencial a la salud. La exposición a estas sustancias debe reducirse al menor nivel posible.
- 6.3** Este método puede no mencionar todas las normas de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las medidas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Debe tenerse en un archivo de referencia las hojas de información de seguridad, el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 6.4** Cuando se trabaje con cualquiera de los productos químicos descritos en este método, debe usarse equipo de seguridad, tal como: batas, guantes de látex y lentes de seguridad.

7 EQUIPOS Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para el presente método.

7.1 Equipo

7.1.1 Espectrofotómetro de infrarrojo disponible para utilizarse en un intervalo de longitud de onda de $3\ 000\text{ cm}^{-1}$ a $2\ 700\text{ cm}^{-1}$.

7.1.2 Parrilla de agitación magnética.

7.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

7.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado, o en su caso, debe estar calibrado.

7.2.1 Par de celdas de cuarzo, con paso óptico de luz de 1mm, 5mm, 10 mm, 50mm y 100mm.

7.2.2 Embudo de separación de 2L, con llave de teflón.

7.2.3 Frasco de vidrio de boca ancha de 1L de capacidad con tapa de teflón.

7.2.4 Papel filtro número 40 ó equivalente.

7.2.5 Barras de agitación magnética de teflón.

7.2.6 Probeta de vidrio graduada de 1L de capacidad.

8 REACTIVOS

Todos los reactivos usados en este método deben ser grado para espectroscopia, a menos que se indique otro grado.

8.1 Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:

- a) Resistividad: 0,2 min megohm-cm a 25°C
- b) Conductividad: 5 máx $\mu\text{S/cm}$ a 25°C, y

- c) pH: 5,0 a 8,0
- 8.2** Ácido clorhídrico concentrado grado reactivo (HCl)
- 8.3** Clorobenceno con pureza mínima del 99% (C₆H₅Cl)
- 8.4** n-hexadecano con pureza mínima del 99% (C₁₆H₃₄)
- 8.5** Isooctano con pureza mínima del 99% (C₈H₁₈)
- 8.6** Sílica gel, malla 60-200, grado 950, con un contenido de 1 % - 2 % de agua. Secar 100 g de sílica gel a una temperatura de 130 °C hasta eliminar completamente la humedad; posteriormente, transferir a un desecador y colocar un frasco destapado junto a ella conteniendo 2 g de agua para que la sílica gel adsorba la humedad, tapar el desecador y dejar reposar durante toda la noche.
- 8.7** Sulfato de sodio anhidro (Na₂SO₄)
- 8.8** Tetracloruro de carbono grado espectroscópico (CCl₄) libre de interferencias mayores a 0,05 mg/L de HTP.
- NOTA 1** Debido a que el tetracloruro de carbono es un disolvente que es carcinógeno y ataca la capa de ozono de la estratósfera, se están buscando disolventes alternativos para utilizarse en este método. Cualquier modificación al disolvente debe estudiarse con un análisis comparativo para cada matriz analizada, respecto a la capacidad de extracción de los diferentes disolventes y las sustancias a extraer. Como normalmente se utiliza este método para cuantificar hidrocarburos como gasolina, diesel o petróleo crudo, debe estandarizarse cualquier otro disolvente que se quiera utilizar, con al menos la mezcla de estos tres hidrocarburos (ver inciso 8.3, 8.4, 8.5).
- 8.9** Disolución de ácido clorhídrico (1:1). Mezclar volúmenes iguales de ácido clorhídrico concentrado y agua.
- 8.10** Mezcla de referencia. Tomar alícuotas de 15 mL de n-hexadecano (ver inciso 8.4), 15 mL de iso-octano (ver inciso 8.5) y 10 mL de clorobenceno (ver inciso 8.3) y colocar en un frasco de vidrio de 50 mL con tapa de teflón. Mantener el frasco bien tapado y en refrigeración para evitar la alteración de la mezcla.
- 8.11** Disolución patrón (5 000 mg/L). Tomar una alícuota de 0,5 mL de la mezcla de referencia (ver inciso 8.10). Colocar en un matraz volumétrico de 100 mL previamente tarado, tapar inmediatamente y

pesar. Aforar al volumen con tetracloruro de carbono. Calcular la concentración de la disolución por medio de la razón del peso de la mezcla entre el volumen de aforo, la cual debe ser de aproximadamente 5 000 mg/L.

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

La recolección de muestras y su almacenamiento se hará de conformidad con la NMX-AA-003-SCFI-2000 AGUAS RESIDUALES, MUNICIPALES E INDUSTRIALES - MUESTREO

9.1 Para cuerpos de agua y descarga de aguas residuales, la recolecta de la muestra se realiza en un envase de vidrio transparente con capacidad mínima de 1L y máxima de 2L, de boca ancha y tapa de rosca con cubierta de teflón.

El envase se introduce en forma vertical, se deja llenar poco a poco por escurrimiento y a través de las paredes del recipiente evitando el burbujeo, hasta llenarlo después de la curvatura y antes de la rosca, se saca el envase del cuerpo de agua y se tapa.

NOTA 2 Para no perder hidrocarburos volátiles se deberá evitar la agitación y burbujeo de la muestra, así como evitar que la muestra se derrame para no perder los hidrocarburos pesados. Una muestra compuesta no es representativa para este tipo de análisis por la pérdida de Hidrocarburos Totales al mezclar la muestra y dividirla.

9.2 Un retraso entre el muestreo y el análisis mayor de 4 h, requiere que el total de la muestra sea preservada por la adición de ácido clorhídrico (1:1) hasta llevar a ésta a un valor de pH < 2. Un retraso mayor de 48 h requiere refrigeración para la preservación de las muestras a 4°C.

9.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

10 PROCEDIMIENTO GENERAL

10.1 Procedimiento de extracción

10.1.1 Medir el volumen total de la muestra en una probeta de 1L. Si la muestra no fue acidificada en el momento del muestreo, adicionar

5 mL de HCl (1:1) (ver inciso 8.9). Mezclar la muestra, y asegurarse que el pH sea ≤ 2 , adicionar más ácido si es necesario.

- 10.1.2** Transferir la muestra a un embudo de separación de 2L.
- 10.1.3** Adicionar 15 mL de tetracloruro de carbono (ver inciso 8.8) al frasco que contiene la muestra y girar para enjuagar los lados del mismo. Transferir el disolvente al embudo de separación.
- 10.1.4** Extraer por agitación vigorosa durante 3 min. Dejar en reposo para permitir la separación de las fases.
- 10.1.5** Filtrar la fase orgánica a través de un embudo de filtración que contenga papel filtro previamente humedecido en tetracloruro de carbono a un matraz volumétrico de 50 mL.
- El equilibrio en una emulsión que tarda en separarse, puede romperse agregando alrededor de 1 g de sulfato de sodio anhidro (ver inciso 8.7) en el cono del papel filtro y drenando lentamente la emulsión a través de la sal de sulfato de sodio. Si se requiere, se puede agregar una porción adicional de 1g del sulfato de sodio anhidro al papel filtro.
- 10.1.6** Repetir dos veces más con porciones de 15 mL de disolvente nuevo (ver incisos 10.1.3 a 10.1.5), combinando los tres extractos orgánicos dentro del mismo matraz volumétrico.
- 10.1.7** Enjuagar el papel filtro, el embudo y el extremo del embudo de separación con un total de 5 mL a 10 mL de tetracloruro de carbono, coleccionar el disolvente de lavado en el matraz volumétrico del inciso 10.1.6. Aforar a 50 mL con tetracloruro de carbono.
- 10.1.8** Desechar 5 mL de disolución del matraz volumétrico (ver inciso 10.1.7). Adicionar 3g de sílica gel (ver inciso 8.6) y una barra de agitación, tapar el matraz volumétrico y agitar la disolución por un mínimo de 5 min con ayuda de un agitador magnético.
- 10.1.9** Seleccionar los estándares de trabajo preparados en 11.2.1 y seleccionar las celdas de 10mm de paso óptico de luz. No es necesaria la adición de sílica gel a los estándares. Leer la absorbancia directamente de cada disolución estándar a 2930 cm^{-1} , 3100 cm^{-1} y 2750 cm^{-1} . Leer la curva de calibración de absorbancia vs concentración en mg/L de hidrocarburos totales del petróleo
- 10.1.10** Después de que la sílica gel se precipita en la muestra extraída, filtrar el extracto y llenar una celda con el extracto y leer la absorbancia de la

extracción. Si la absorbancia excede los límites máximos de la curva, preparar una dilución apropiada.

Si la capacidad adsorbente de la sílica gel se hubiera excedido, puede probarse en este punto por medio de la adición de otros 3mg de sílica gel al extracto y la repetición del tratamiento y determinación (ver incisos 10.1.1 a 10.1.10).

11 CALIBRACIÓN DEL EQUIPO

11.1 Verificación del equipo

11.1.1 Verificación de la energía. La verificación de la energía se obtiene alineando el espejo fijo del interferómetro (ver procedimiento de calibración del IR) y esta energía debe caer en el intervalo de 70% a 90% y no debe exceder del 90% o se corre el riesgo de saturar el A/D.

11.1.2 Recolección del espectro de referencia. Es la línea base del instrumento, el haz del instrumento viaja a través del aire el cual contiene sustancias que absorben energía como el CO₂ o el vapor de agua. Este espectro de referencia es el blanco o matriz de la muestra totalmente limpia. Es importante porque este espectro se resta de la muestra. Siempre debe tener el pico de absorbancia del CO₂.

11.1.3 Correr el espectro de la película de poliestireno. Se deberá tener un espectro típico de la muestra de poliestireno y compararlo con la biblioteca del equipo o bien compararlo con el espectro que tiene el manual de operación del equipo; una vez comparado se acepta.

11.2 Curva de calibración

11.2.1 Realizar una curva de calibración de absorbancia vs concentración, en mg/L de hidrocarburos totales del petróleo empleando disoluciones estándares. A partir de la concentración de la disolución patrón (ver inciso 8.11), preparar disoluciones estándares de trabajo en un intervalo de 1.0 a 40 mg/L con tetracloruro de carbono.

12 CÁLCULOS

12.1 Calcular los hidrocarburos de petróleo en la muestra usando la siguiente fórmula:

Ecuación 1: $y = mX + b$

donde:

m= Pendiente
b= Ordenada al origen
y= Absorbancia
X= Concentración mg HTP/L

12.2 Reportar todos los valores obtenidos en unidades de mg/L con la precisión correspondiente.

13 MANEJO DE RESIDUOS

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.

13.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad (CC) el destino final de los residuos generados durante la medición.

13.2 Las muestras líquidas, extractos y disoluciones que contengan como disolvente al tetracloruro de carbono deben envasarse en recipientes herméticos, almacenar temporalmente tomando todas las precauciones necesarias y después enviarlas al confinamiento de residuos peligrosos.

13.3 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a alcantarillado pueden ser descargadas en el mismo sistema.

14 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Expresar la concentración de hidrocarburos del petróleo, en miligramos por litro, a dos cifras significativas.

EJEMPLOS

Índice de aceite de hidrocarburo 15 mg/L
Índice de aceite de hidrocarburo 2,9 mg/L

15 BIBLIOGRAFÍA

- Método 418.1 "Total Petroleum Hydrocarbons Recoverable", "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, 1983, pp 5-7.
- Método 5520 F "Hydrocarbons". Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, USA, American Public Health Association (APHA), Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp 5-35.
- Ley Federal de Derechos, Tabla de Lineamientos de la Calidad del Agua, Capítulo XI, Título II, Art. 224, Diario Oficial de la Federación, 29 de diciembre de 1997
- ISO 5667-3:1994, Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples.
- ISO 8466-1:1990, Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no concuerda con ninguna norma internacional, ya que no existe al momento alguna norma oficial relacionada con el tema. Se incluye esta parte de la norma porque algunos laboratorios no utilizan la técnica cromatográfica para la medición de HTP.

México D.F., a

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS