



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-005-SCFI-2008

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE GRASAS Y
ACEITES RECUPERABLES EN AGUAS NATURALES,
RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE
PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-005-SCFI-2000)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF EXTRACTABLES
FATS AND OILS IN NATURAL, WASTEWATERS AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**

PREFACIO

En la elaboración de la presente 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.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASESORÍA TECNOLÓGICA EN CUERO Y CALZADO, A.C. (CIATEC)
- 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, Q.F.B. MARTHA ELENA IZAGUIRRE VILLANUEVA
- 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 PETROLEO
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, 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.
- CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA / SERVICIOS AMBIENTALES
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química
Instituto de Biología

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2 PRINCIPIO	1
3 DEFINICIONES	2
4 REACTIVOS Y PATRONES	3
5 MATERIALES	4
6 EQUIPO	4
7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	4
8 CONTROL DE CALIDAD	5
9 VERIFICACIÓN	6
10 PROCEDIMIENTO	6
11 CÁLCULOS	7
12 INTERFERENCIAS	7
13 SEGURIDAD	8
14 MANEJO DE RESIDUOS	8
15 VIGENCIA	9
16 BIBLIOGRAFÍA	9
17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	10

PROYECTO DE NORMA MEXICANA PROY-NMX-AA-005-SCFI-2008

ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES RECUPERABLES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-005-SCFI-2000)

WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF EXTRACTABLES FATS AND OILS IN NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Este método permite una estimación del contenido de grasas y aceites en aguas naturales, residuales y residuales tratadas al determinar gravimétricamente las sustancias que son extraídas con hexano de una muestra acuosa acidificada. La determinación de grasas y aceites es indicativa del grado de contaminación del agua por usos industriales y humanos.

En la determinación de grasas y aceites no se mide una sustancia específica sino un grupo de sustancias con unas mismas características fisicoquímicas (solubilidad). Entonces la determinación de grasas y aceites incluye ácidos grasos, jabones, grasas, ceras, hidrocarburos, aceites y cualquier otra sustancia susceptible de ser extraída con hexano.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece un método de análisis para la determinación de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

2 PRINCIPIO

Este método se basa en la adsorción de grasas y aceites en tierra de diatomeas, los cuales son extraídos en un Soxhlet empleando hexano como

disolvente. Una vez terminada la extracción se evapora el hexano y se pesa el residuo que ha quedado en el recipiente; siendo este valor el contenido de grasas y aceites.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Aguas naturales

Agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, de tormenta residual y superficial.

3.2 Aguas residuales

Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

3.3 Bitácora

Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se llevó a cabo.

3.4 Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

3.5 Descarga

Acción de verter, infiltrar o depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la Nación.

3.6 Grasas y aceites

Son los compuestos orgánicos constituidos principalmente por ácidos grasos de origen animal y vegetal, así como de hidrocarburos del petróleo que son extraídos de la muestra utilizando hexano como disolvente.

3.7 Masa constante

Es la masa que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado, y que en dos ciclos completos las pesadas no presentan una diferencia significativa.

3.8 Medición

Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

3.9 Muestra simple

La que se toma en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente el o los procesos más representativos de las actividades que generan la descarga, durante el tiempo necesario para completar cuando menos, un volumen suficiente para que se lleven a cabo los análisis necesarios para conocer su composición, aforando el caudal descargado en el sitio y en el momento de muestreo.

3.10 Parámetro

Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua.

3.11 Trazabilidad

Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

3.12 Verificación

Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

4 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se indique otro grado.

Cuando se indique agua debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 mínimo; b) Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C: 5,0 máximo y c) pH: 5,0 a 8,0.

- Ácido Clorhídrico concentrado (HCl);
- Hexano (C_6H_{14});
- Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4);
- Suspensión de tierra de diatomeas-sílice o tierra Sílice de aproximadamente 10 g/L de agua;
- Ácido Clorhídrico (1:1): Mezclar volúmenes iguales de Ácido Clorhídrico concentrado y agua.
- Ácido Sulfúrico (1:1): Mezclar volúmenes iguales de Ácido Sulfúrico concentrado y agua, y
- Aceite de referencia: Pesar aproximadamente y con precisión la cantidad requerida de una mezcla de aceite mineral y vegetal mixto acorde a la cantidad esperada de grasas y aceites en la muestra y agregar la mezcla a aproximadamente 1 L de agua.

5 MATERIALES

- Cartuchos de extracción de celulosa para Soxhlet;
- Papel filtro con tamaño de poro medio;
- Algodón
- Embudo Büchner y matraz kitasato, y
- Desecador.

6 EQUIPO

- Equipo de extracción Soxhlet;
- Bomba de vacío u otra fuente de vacío;
- Estufa eléctrica capaz de mantener 103°C;
- Estufa eléctrica de vacío capaz de mantener 80°C; u otro dispositivo para evaporar el disolvente
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg, y

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 7.1** De la superficie del cuerpo de agua coleccionar un volumen de aproximadamente 1 L de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha y tapa de cubierta de politetrafluoroetileno, poliamida, PVC polietileno o metálica. Ya que pueden ocurrir pérdidas de grasas y aceites por el equipo de muestreo, no se permite la colecta de una muestra compuesta. Dado que la muestra entera se ocupa en esta prueba, no se pueden tomar alícuotas de la muestra para realizar otro tipo de análisis.
- 7.2** En caso de existir la presencia de aceites emulsionados en el agua a muestrear, la muestra se toma de 20 cm a 30 cm de profundidad, cuando no haya mucha turbulencia para asegurar una mayor representatividad.
- 7.3** La muestra debe preservarse por acidificación con ácido clorhídrico 1:1 ó ácido sulfúrico 1:1 a un valor de pH menor a dos y refrigerarlas a $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$.
- 7.4** El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

8 CONTROL DE CALIDAD

- 8.1** Cada laboratorio que utilice este método está obligado a mantener un programa de control de calidad (CC) formal.
- 8.2** Es obligatorio para el laboratorio mantener los siguientes registros: Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis.
- Las bitácoras del analista y del equipo en los 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) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
 - g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados;
 - h) Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de 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.

9 VERIFICACIÓN

Se debe contar con un registro de verificación de los equipos y materiales siguientes:

- Balanza analítica.

10 PROCEDIMIENTO

- 10.1** Medir el pH de las muestras el cual debe ser menor de 2, si no tiene este valor acidifique con ácido clorhídrico 1:1 ó ácido sulfúrico 1:1.
- 10.2** Para muestras con un pH menor de 8 unidades generalmente es suficiente con adicionar 5 ml de ácido clorhídrico 1:1 ó 2 mL de ácido sulfúrico 1:1.
- 10.3** Preparar los matraces de extracción introduciéndolos a la estufa a una temperatura de $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$, enfriar en desecador y pesarlos, repetir el procedimiento hasta obtener el peso constante de cada uno de los matraces.
- 10.4** Preparar el material filtrante colocando un papel filtro en el embudo Büchner, colocar el embudo en un matraz Kitazato y agregar 100 mL de la suspensión de tierra de diatomeas-sílice sobre el filtro, aplicar vacío y lavar con al menos 100 mL de agua.
- 10.5** Transferir el total de la muestra acidificada al embudo Büchner preparado aplicando vacío hasta que cese el paso de agua. Medir el volumen de la muestra.
- 10.6** Con ayuda de unas pinzas, transferir el material filtrante a un cartucho de extracción. Limpiar las paredes internas del embudo y el frasco contenedor de la muestra, así como la parte interna de la tapa del frasco con trozos de papel filtro o algodón previamente impregnados de disolvente (hexano) tener cuidado en remover la película de grasa y los sólidos impregnados sobre las paredes; colocar los trozos de papel en el mismo cartucho.

- 10.7** Secar el cartucho en una estufa a (103 ± 2) °C por un período de 30 min. Transcurrido este período colocar en el equipo Soxhlet.
- 10.8** Adicionar el volumen adecuado de hexano al matraz de extracción previamente puesto a peso constante y preparar el equipo Soxhlet. Evitar tocar con las manos el cartucho y el matraz de extracción, para ello utilizar pinzas ó guantes de látex.
- 10.9** Colocar el equipo de extracción sobre la parrilla de calentamiento, controlar la temperatura del reflujo y extraer a una velocidad de 20 ciclos/hora durante un período de 4 h.
- 10.10** Una vez terminada la extracción evaporar o recuperar el disolvente.
- 10.11** El matraz de extracción libre de disolvente se coloca en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.
- 10.12** Pesar el matraz de extracción y por diferencia de pesos determinar la concentración de grasas y aceites recuperables.
- 10.13** Analizar un blanco de reactivo bajo las mismas condiciones de la muestra.

11 CÁLCULOS

- 11.1** Calcular las grasas y aceites recuperables (G y A) en la muestra usando la siguiente ecuación:

$$G \text{ y } A \text{ (mg/L)} = (A - B) \times 10^{-6} / V$$

donde:

A es el peso final del matraz de extracción (g);
B es el peso inicial del matraz de extracción (g), y
V es el volumen de la muestra, en mL.

- 11.2** Restar al resultado obtenido de la muestra el valor del blanco de reactivo.
- 11.3** Reportar los resultados del análisis en mg/L.

12 INTERFERENCIAS

- 12.1** Los hexanos tienen la facilidad de disolver no solamente las grasas y aceites minerales y vegetales, sino también otras sustancias como azufre elemental, tintes y otros compuestos orgánicos.
- 12.2** Existen pérdidas importantes de hidrocarburos de cadena corta y aromáticos simples con puntos de ebullición menores a 150°C.
- 12.3** Puede obtenerse interferencia positiva durante el secado del residuo debido a la adsorción de humedad si no se utiliza un desecador.

13 SEGURIDAD

- 13.1** No ha sido determinada la carcinogenicidad de todos los reactivos con precisión. 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. Se sugiere que el laboratorio realice monitoreos de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados se encuentren a su disposición.
- 13.2** Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las Normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en éste método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 13.3** El ácido clorhídrico concentrado puede ser nocivo si se inhala, ingiere o entra en contacto con la piel. Puede causar irritación en las mucosas y en las vías respiratorias altas. Una exposición prolongada o repetida puede causar reacciones alérgicas en individuos sensibles.
- 13.4** Mientras se trabaje con cualquiera de los reactivos químicos descritos en este método, deberá usarse: bata, mascarilla contra disolventes, lentes de protección y guantes antiácido.

14 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.

- 14.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su Programa de Control de Calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- 14.2 El hexano se puede reciclar en el laboratorio o con un prestador de este tipo de servicios autorizado.
- 14.3 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga o alcantarillado pueden ser descargadas en el mismo sistema.

15 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

16 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-001-SEMARNAT-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida
- NMX-AA-003 Aguas residuales.- Muestreo.
- NMX-AA-003-1980 Aguas residuales.- Muestreo.
- NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores.- Muestreo.
- NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1.
- NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua.- Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.
- NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos.

Criterios Ecológicos de Calidad del Agua publicados en el Diario Oficial de la Federación el 13 de diciembre de 1989.

Método D 3921 - 85, "Standard Test Method for Oil and grease and Petroleum Hydrocarbons in Water", American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, 1994 pp. 58 - 62.

Método 9070, " Total Recoverable Oil and Grease (Gravimetric, Separatory Funnel Extraction)" Environmental Protection Agency 1986.

Método 5520 E "Soxhlet Extraction Method". Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, USA, American Public Health Association (APHA), Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp 5-34.

17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna Norma Internacional por no existir Norma Internacional sobre el tema tratado.

México D.F., a

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