Fuente : Diario Oficial de la Federación **Fecha de publicación:**17 de Abril del 2001

DECLARATORIA de vigencia de las normas mexicanas NMX-AA-029-SCFI-2001

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Economía.

DECLARATORIA DE VIGENCIA DE LAS NORMAS MEXICANAS QUE SE INDICAN

La Secretaría de Economía, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 34 fracciones XIII y XXX de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 51-A, 51-B, 54 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 46, 47 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y 23 fracciones I y XV del Reglamento Interior de esta Secretaría y habiéndose satisfecho el procedimiento previsto por la ley de la materia para estos efectos, expide la declaratoria de vigencia de las normas mexicanas que se listan a continuación, mismas que han sido elaboradas y aprobadas por el "Comité Técnico de Normalización Nacional de Protección al Ambiente". El texto completo de las normas que se indican puede ser consultado gratuitamente en la biblioteca de la Dirección General de Normas de esta Secretaría, ubicada en Puente de Tecamachalco número 6, Lomas de Tecamachalco, sección Fuentes, Naucalpan de Juárez, código postal 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/normas.

Las presentes normas entrarán en vigor 60 días después de la publicación de esta declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
NMX-AA-029-SCFI-2001	ANALISIS DE AGUAS-DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-METODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-029-1981).
Campo de aplicación Esta Norma Mexicana establece dos métodos de análisis para la determinación de fósforo total en aguas residuales, naturales y residuales tratadas.	
Concordancia con normas internacionales Esta Norma Mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.	

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 6 de abril de 2001.- El Director General de Normas, **Miguel Aguilar Romo**.- Rúbrica.

CDU: 631.879
CANCELA A LA
NMX-AA-029-1981

NMX-AA-029-SCFI-2001

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

ANÁLISIS DE AGUAS - DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-029-1981)

WATERS ANALISIS - DETERMINATION OF TOTAL PHOSPHORUS IN NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

El fósforo generalmente se encuentra en aguas naturales, residuales y residuales tratadas como fosfatos. Éstos se clasifican como ortofosfatos, fosfatos condensados y compuestos órganofosfatados. Estas formas de fosfatos provienen de una gran cantidad de fuentes, tales como productos de limpieza, fertilizantes, procesos biológicos, etc.

El fósforo es un nutriente esencial para el crecimiento de organismos, por lo que la descarga de fosfatos en cuerpos de aguas puede estimular el crecimiento de macro y microorganismos fotosintéticos en cantidades nocivas.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece dos métodos de análisis para la determinación de fósforo total en aguas residuales, naturales y residuales tratadas.

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

2.1 Método cloruro estanoso

Este método se basa en la reacción del fósforo contenido en la muestra como ortofosfato con el ácido molíbdico para formar el ácido 12-molibdofosfórico según la reacción:

$$H_3PO_4 + 12\ (NH_4)_2MoO_4 + 21\ H^+ \leftrightarrow (NH_4)_3PO_4 \cdot 12\ MoO_3 + 21\ NH_4^+ + 12\ H_2O$$

El ácido 12-molibdofosfórico es reducido por el cloruro de estaño a azul de molibdeno, compuesto de composición desconocida que contiene una mezcla de Mo (VI) y Mo (V), que absorbe a 690 nm. La intensidad del color azul formado depende de la concentración de fosfatos adicionados al heteropoliácido. El método es aplicable cuando el contenido de fósforo en las muestras se encuentra entre las concentraciones de 0,01 mg P/L a 6,0 mg P/L.

Todo el fósforo contenido en la muestra debe estar como ión ortofosfato $(PO_4)^{3-}$, ya que el método espectrofotométrico es esencialmente específico para este ión ortofosfato $(PO_4)^{3-}$. La materia orgánica de la muestra es destruida por medio de una digestión con persulfato de amonio y ácido sulfúrico, rompiendo las ligaduras orgánicas del fósforo (C-P y/o C-O-P), e hidrolizando los polifosfatos a ortofosfatos.

2.2 Método ácido vanadomolibdofosfórico

En una disolución diluida de ortofosfatos, el molibdato de amonio reacciona en condiciones ácidas con el vanadato para formar un heteropoliácido, ácido vanadomolibdofosfórico. En la presencia de vanadio, se forma ácido vanadomolibdofosfórico de color amarillo. La longitud de onda a la cual la intensidad del color es medida depende de la detección requerida. La intensidad del color amarillo es directamente proporcional a la concentración de fosfato.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Aguas naturales

Se define como agua natural el agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, residual y superficial.

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

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 Análisis de blanco analítico

Es el someter una alícuota de agua reactivo a todo el proceso de análisis por el cual pasa una muestra real. Los laboratorios deben realizar los análisis de blancos para corregir la señal de fondo del sistema de medición. El análisis de blancos se realiza en forma periódica o con cada lote de muestras según lo requiera el método.

3.4 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 lleva a cabo.

3.5 Blanco

Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.

3.6 Blanco analítico o de reactivos

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

3.7 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.

3.8 Descarga

Resultado de la acción de verter, infiltrar, 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.

3.9 Desviación estándar experimental

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, es la magnitud *s* que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la siguiente fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

En donde: x_i es el resultado de la i-ésima medición y es la media aritmética de los n resultados considerados.

3.10 Disolución estándar

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

3.11 Disolución madre

Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

3.12 Exactitud

Proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero del mensurando.

3.13 Límite de cuantificación del método (LCM)

Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

3.14 Límite de detección del método (LDM)

Es la mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

3.15 Material de referencia

Material o substancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

3.16 Material de referencia certificado

Material de referencia, acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

3.17 Medición

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

3.18 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

3.19 Muestra compuesta

La que resulta de mezclar un número de muestras simples. Para conformar la muestra compuesta, el volumen de cada una de las muestras simples debe ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.

3.20 Muestra simple

La que se tome en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente él 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.

3.21 Parámetro

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

3.22 Patrón (de medición)

Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

SECRETARÍA DE ECONOMÍA
DGN

3.23 Patrón de referencia

Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

3.24 Patrón de trabajo

Patrón que es usado rutinariamente para calibrar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia.

3.25 Patrón nacional (de medición)

Patrón reconocido por una decisión nacional en un país, que sirve de base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

3.26 Patrón primario

Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

3.27 Patrón secundario

Patrón cuyo valor es establecido por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.

3.28 Precisión

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre:

$$x = \bar{x} \pm t_{a/2} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

donde:

$\bar{x}$ es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
$t_{\alpha/2}$ es el valor de la *t* de Student para un nivel de significancia del 95 %;
s es la desviación estándar de la muestra;
n es el número de réplicas, y

x es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

3.29 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.

3.30 Verificación de la calibración

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 analítico, a menos que se indique otro grado.

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

a) Resistividad, megohm-cm a 25ºC: 0,2 min.;
b) Conductividad, µS/cm a 25ºC: 5,0 máx., y
c) pH: 5,0 a 8,0.

4.1 Generales

4.1.1 Fosfato monobásico de potasio anhidro (KH_2PO_4)

4.1.2 Disolución madre de fosfato. Pesar aproximadamente y con precisión 219,5 mg de fosato monobásico de potasio anhidro previamente secado a 105ºC durante dos horas, aforar con agua a 1 L; 1,0 mL = 50,0 µg de P como PO_4^{3-}.

4.1.3 Fenolftaleína

4.1.4 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

4.1.5 Persulfato de amonio [$(NH_4)_2S_2O_8$] o persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$)

4.1.6 Hidróxido de sodio (NaOH)

4.1.7 Disolución de ácido fuerte. Cuidadosamente adicionar 300 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.1.4) a aproximadamente 600 mL de agua. Dejar enfriar y agregar 4 mL de ácido nítrico concentrado y aforar a 1 L con agua.

4.2 Método cloruro estanoso

4.2.1 Ácido nítrico concentrado(HNO_3)

4.2.2 Glicerol ($C_3H_8O_3$)

4.2.3 Cloruro estanoso dihidratado ($SnCl_2 \bullet 2H_2O$)

4.2.4 Heptamolibdato de amonio tetrahidratado [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \bullet 4H_2O$]

4.2.5 Disolución de ácido fuerte: Cuidadosamente adicionar 300 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.1.4) a aproximadamente 600 mL de agua. Dejar enfriar y agregar 4 mL de ácido nítrico concentrado y aforar a 1L con agua.

4.2.6 Disolución de cloruro estanoso: Pesar aproximadamente y con precisión 2,5 g de cloruro estanoso dihidratado (ver inciso 4.2.3) y disolver en 100 mL de glicerol. Calentar en baño de agua y agitar con una varilla de vidrio. El reactivo es estable y no requiere de la adición de conservadores o almacenamiento especial.

4.2.7 Disolución de heptamolibdato de amonio tetrahidratado: Disolver 25 g de heptamolibdato de amonio tetrahidratado (ver inciso 4.2.4) en 75 mL de agua. Con mucho cuidado agregar 280 mL de ácido sulfúrico (ver inciso 4.1.4) a 400 mL de agua, enfriar y adicionar al heptamolibdato de amonio tetrahidratado y diluir a 1 L.

4.3 Método vanadomolibdofosfórico:

4.3.1 Carbón activado libre de fosfatos

4.3.2 Ácido clorhídrico concentrado (HCl)

4.3.3 Metavanadato de amonio (NH_4VO_3)

4.3.4 Hidróxido de sodio (NaOH)

4.3.5 Ácido clorhídrico (1:1). Agregar cuidadosamente 100 mL de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 4.3.2) a 100 mL de agua, lentamente. La concentración del ácido no es crítica para la determinación, pero se recomienda una concentración final en la muestra de 0,5 N.

4.3.6 Disolución A. Pesar aproximadamente y con precisión 25,0 g de heptamolibdato de amonio (ver inciso 4.2.4), y diluir en 300 mL de agua.

4.3.7 Disolución B. Pesar aproximadamente y con precisión 1,25 g de metavanadato de amonio (ver inciso 4.3.3) y diluir en 300 mL de agua destilada, calentar hasta ebullición. Enfriar y añadir 330 mL de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 4.3.2). Dejar enfriar a temperatura ambiente.

4.3.8 Disolución reactivo vanado-molibdato: Adicionar la disolución A (ver inciso 4.3.6) a la disolución B (ver inciso 4.3.7), mezclar y aforar a 1 L.

4.3.9 Disolución de hidróxido de sodio (1N). Pesar aproximadamente y con precisión 40 g de hidróxido de sodio (ver inciso 4.3.4) y diluir con 500 mL de agua, agitar y dejar enfriar, agregar más agua y en cada ocasión agitar y dejar enfriar hasta que el volumen final sea de 1 L.

5 EQUIPO Y MATERIALES

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

5.1 Equipo

5.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

5.1.2 Placa de calentamiento: Una superficie de 30 cm X 50 cm es adecuada.

5.1.3 Autoclave: Puede utilizarse un autoclave capaz de alcanzar de 98 kPa a 137 kPa en lugar de la placa de calentamiento.

5.1.4 Espectrofotómetro: Para utilizarse de 190 nm a 900 nm y equipado con celda de 1 cm de paso óptico de luz.

5.2 Materiales

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

5.2.1 Embudo de filtración y papel filtro cualitativo Whatman 42 o equivalente.

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

SECRETARÍA DE ECONOMÍA
DGN

6.1 Tomar un mínimo de 500 mL de muestra en envases de plástico. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

6.2 Si la muestra solamente es analizada para determinar la forma de fósforo disuelto, filtrar la muestra inmediatamente después de la colecta a través de un papel filtro de poro fino.

6.3 Conservar en refrigeración a 4°C.

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

7 CONTROL DE CALIDAD

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

7.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutan los análisis y el encargado de control de calidad que verifica los análisis, y
- Las bitácoras manuscritas 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, y

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.

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

8 CALIBRACIÓN

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

8.1 Material volumétrico

8.2 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

8.3 Espectrofotómetro. Para utilizarse de 190 nm a 900 nm y equipado con celda de 1 cm de paso óptico de luz.

8.4 Método cloruro estanoso

Curva de calibración para un intervalo de trabajo de 0,3 mg/L a 2,0 mg/L. Preparar las disoluciones estándar con un mínimo de 4 puntos en un intervalo entre 0,3 mg P/L a 2,0 mg P/L en matraces volumétricos de 100 mL y desarrollar el color como se indica en el capítulo 9 Procedimiento.

8.5 Método vanadomolibdofosfórico

Curva de calibración para un intervalo de trabajo entre 1,0 mg/L a 20,0 mg/L: Preparar las disoluciones estándar un mínimo de 4 puntos en el intervalo de 1,0 mg/L a 20,0 mg/L en matraces volumétricos de 100 mL y desarrollar el color como se indica en el capítulo 9 Procedimiento.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Digestión de la muestra

Preparación de la muestra por medio de la digestión con persulfato:

9.1.1 Usar 50 mL o la porción adecuada de la muestra bien mezclada. Adicionar una gota de fenolftaleína (ver inciso 4.1.3). Si aparece un color rojo, adicionar gota a gota ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.1.4) hasta que desaparezca el color. Posteriormente adicionar 1 mL de disolución de ácido fuerte (ver inciso 4.1.7) y 0,4 g de persulfato de amonio o 0,5 g persulfato de potasio (ver inciso 4.1.5).

9.1.2 Calentar hasta que rompa la ebullición y mantenerla sobre la placa de calentamiento, por 30 min o 40 min o hasta que el volumen final alcanzado sea de 10 mL. Los compuestos organofosforados pueden requerir de 1,5 h a 2 h para su digestión completa. Enfriar, diluir a 30 mL con agua, adicionar una gota de fenolftaleína (ver inciso 4.1.3), y neutralizar hasta desvanecer a un color rosa pálido con la disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 4.3.9). Alternativamente, calentar por 30 min en un autoclave u olla de presión de 98 kPa a 137 kPa. Enfriar, añadir una gota de fenolftaleína y neutralizar hasta desvanecer a un color rosa pálido con la disolución de

hidróxido de sodio (ver inciso 4.3.9). Aforar a 100 mL con agua destilada. En algunas muestras puede formarse un precipitado en esta fase, pero no se debe filtrar. Mezclar bien para cualquier subdivisión de la muestra. El precipitado (posiblemente de fosfato de calcio) se redisuelve bajo condiciones ácidas de la prueba colorimétrica para determinar fósforo.

9.2 Método cloruro estanoso

9.2.1 Ajustar el pH de la muestra. A 100 mL de muestra que contenga no más de 200 μg P y libre de color y turbidez adicionar 1 gota de fenolftaleína (ver inciso 4.1.3). Si la disolución tiene un color rosado, adicionar unas cuantas gotas de disolución de ácido fuerte (ver inciso 4.1.7) para neutralizar.

9.2.2 Desarrollo del color en la muestra. Adicionar, agitando fuertemente después de cada adición, 4,0 mL de disolución de heptamolibdato de amonio tetrahidratado (ver inciso 4.2.7) y 0,5 mL (10 gotas) de disolución de cloruro estanoso (ver inciso 4.2.6). La intensidad del color depende de la temperatura ambiente de la disolución final, incrementándose ésta alrededor de 1 % por cada grado centigrado más de temperatura ambiente. Por lo que es importante realizar las mediciones a la misma temperatura.

9.2.3 Medición de color. El tiempo en el cual se realiza la medición es importante para tener un buen resultado, la medición debe de efectuarse después de 10 min de haber desarrollado el color, pero antes de 12 min, utilizar el mismo intervalo de tiempo para todas las mediciones, medir la intensidad de color espectrofotométricamente a 690 nm y comparar contra la curva de calibración, utilizar como blanco agua.

NOTA.- Es necesario tener un blanco de agua y un blanco de reactivos. Debido a que el color se desarrolla primero de manera progresiva y posteriormente se desvanece, mantener siempre condiciones iguales de tiempos de desarrollo de color y medición para muestras y estándares. Preparar al menos un estándar por cada lote de muestras o una cada día que se realiza la prueba. La curva de calibración es lineal en un intervalo de concentraciones de 0,3 mg/L a 2,0 mg/L.

9.3 Método ácido vanadomolibdofosfórico

9.3.1 Ajustar el pH de la muestra. Si la muestra tiene un pH mayor a 10, adicionar una gota de fenolftaleína (ver inciso 4.1.3) a 50,0 mL de la muestra y después eliminar el color rosa con una disolución de ácido clorhídrico (1:1) (ver inciso 4.3.5), antes de diluir a 100 mL.

9.3.2 Remoción del color de las muestras. Remover el exceso de color en las muestras por medio de la adición de 200 mg de carbón activado (ver inciso 4.3.1) a una muestra de 50 mL en un matraz Erlenmeyer y agitar por 5 min, posteriormente filtrar para remover el carbón activado. Comprobar los fosfatos de cada lote de carbón activado.

SECRETARÍA DE ECONOMÍA
DGN

9.3.3 Desarrollo del color en la muestra. Tomar una alícuota que contenga de 0,05 mg a 1,0 mg de fósforo, en un matraz volumétrico de 50 mL. Añadir 10 mL de la disolución reactivo vanado-molibdato (ver inciso 4.3.8) y diluir hasta la marca con agua. Preparar un blanco usando una cantidad de agua equivalente a la alícuota de la muestra. Después de 10 min o más, medir la absorbancia de una muestra contra un blanco a una longitud de onda de 400 nm a 490 nm, dependiendo de la sensibilidad deseada. Los intervalos de concentración para diferentes longitudes de onda son:

TABLA 1.- Longitud de onda

Intervalo de P mg/L	Longitud de onda nm
1,0 - 5,0	400
2,0 –10	420
4,0 –20	470

El color es estable por días y su intensidad no se ve afectada por las variaciones de la temperatura ambiente.

10 CÁLCULOS

10.1 Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación obtenida de la curva de calibración y que es representada por la siguiente ecuación:

$$Y = mX + b$$

donde:

m es la pendiente;
b es la ordenada al origen;
Y es la absorbancia, y
X es la concentración (mg P/L).

10.2 En caso de haber dilución de la muestra a lo largo del desarrollo del método (digestión y alícuota de muestra), utilizar la siguiente ecuación:

$$\text{mg P/L} = \text{concentración} \times \text{Factor de dilución}$$

10.3 Reportar los resultados en mg P/L con dos décimas, con la precisión correspondiente.

11 INTERFERENCIAS

Arseniato, fluoruro, torio, bismuto, sulfuro, tiosulfato, tiocianato o excesos de molibdato interfieren. El hierro en su forma ferrosa produce un color azul, pero no afecta a los resultados, si su concentración es menor a 100 mg/L. La interferencia de sulfuro puede eliminarse por oxidación con agua de bromo. Los siguientes iones no interfieren en concentraciones superiores a 1 g/L: Al^{3+}, Fe^{3+}, Mg^{2+}, Ca^{2+}, Ba^{2+}, Sr^{2+}, Li^{+}, Na^{+}, K^{+}, NH_4^{+}, Cd^{2+}, Mn^{2+}, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}, Sn^{2+}, Cu^{2+}, Ni^{2+}, Ag^{+}, U^{4+}, Zr^{4+}, AsO_3^{-}, Br^{-}, CO_3^{2-}, ClO_4^{-}, CN^{-}, IO_3^{-}, SiO_4^{4-}, NO_3^{-}, NO_2^{-}, SO_4^{2-}, SO_3^{2-}, pirofosfato, molibdato, tetraborato, selenato, benzoato, citrato, oxalato, lactato, tartrato, formiato y salicilato.

12 SEGURIDAD

12.1 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.

12.2 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 este 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 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 determinación.

13.2 Los desechos ácidos se deben neutralizar para su posterior desecho.

13.3 Las muestras líquidas con altos contenidos de fósforo, se deben envasar en recipientes herméticos y almacenar temporalmente tomando todas las

precauciones necesarias y después enviarlas al confinamiento de residuos peligrosos.

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

14 BIBLIOGRAFÍA

NOM-001-ECOL-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-1993 — Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.

NMX-AA-003-1980 — Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.

NMX-AA-014-1980 — Cuerpos receptores - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.

NMX-AA-089/1-1986 — Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.

PROY-NMX-AA-115-SCFI-2001 — Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.

PROY-NMX-AA-116-SCFI-2001 — Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.

Método 4500-P D, “Stannous Chloride Method”, American Public Health Association, “Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater”, American Public Health Association, United States of America, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp. 4-106 - 4-112.

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

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

15 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

MÉXICO D.F., A
EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

MIGUEL AGUILAR ROMO

JADS/AFO/DLR/MRG.

NMX-AA-029-SCFI-2001

ANÁLISIS DE AGUAS - DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-029-1981)

WATERS ANALISIS - DETERMINATION OF TOTAL PHOSPHORUS IN NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

P R E F A C I O

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CASA ROCAS, S.A. DE C.V.

- CENTRO DE SERVICIOS QUÍMICOS DE AGUASCALIENTES

- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA

- COMISIÓN ESTATAL DE AGUA Y SANEAMIENTO

- COMISIÓN FEDERAL DE ELECTRICIDAD

- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA

- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

- FISHER SCIENTIFIC MEXICANA, S.A. DE C.V.

- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
  Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica;
  Dirección General de Normatividad y Apoyo Técnico.

- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO

- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA

SECRETARÍA DE ECONOMÍA
DGN

- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
  Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.

- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
  Campus Monterrey.

- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO DE PEMEX PERFORACIÓN Y MANTENIMIENTO DE POZOS

- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.

- MERCK- MÉXICO, S.A. DE C.V.

- NOVAMANN, S.A. DE C.V.
  Laboratorio Control Químico.

- PERKIN ELMER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.

- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.

- SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
  Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.

- SECRETARÍA DE SALUD

- SERVICIOS AMBIENTALES MULTIPLES E INGENIERÍA, S.A. DE C.V.

- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.

- SISTEMA INTERMUNICIPAL DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
  Unidad Azcapotzalco.

- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
  Facultad de Química;
  Instituto de Geofísica;
  Instituto de Ingeniería.

- VARIAN, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo **Página**

SECRETARÍA DE ECONOMÍA
DGN

0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Principio del método	2
3	Definiciones	2
4	Reactivos y patrones	7
5	Equipo y materiales	9
6	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	10
7	Control de calidad	10
8	Calibración	11
9	Procedimiento	11
10	Cálculos	14
11	Interferencias	14
12	Seguridad	14
13	Manejo de residuos	15
14	Bibliografía	15
15	Concordancia con normas internacionales	16