



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-029 / 1-SCFI-2008

**ANÁLISIS DE AGUA.-DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL
EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES
TRATADAS.- MÉTODO DE PRUEBA-(LAS PARTES DE ESTA
NMX CANCELAN LA NMX-AA-029-SCFI-2001)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL PHOSPHORUS IN
NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST
METHOD**

PARTE 1

MÉTODO ESPECTROMÉTRICO DE MOLIBDATO DE AMONIO

**DETERMINATION OF PHOSPHORUS — AMMONIUM MOLYBDATE
SPECTROMETRIC METHOD**



P R E F A C I O

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.
- CIATEC, A.C.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- 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 NACIONAL DE ECOLOGÍA
CENICA



- 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



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 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
Instituto de Ingeniería



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2 INTERFERENCIAS	2
3 FUNDAMENTO	2
4 DETERMINACIÓN DE ORTOFOSFATO	3
5 DETERMINACIÓN DE ORTOFOSFATO TRAS EXTRACCIÓN CON DISOLVENTE	11
6 DETERMINACIÓN DE FOSFATO HIDROLIZABLE Y ORTOFOSFATO	13
7 DETERMINACIÓN DEL FÓSFORO TOTAL TRAS OXIDACIÓN CON PEROXIDISULFATO	16
8 DETERMINACIÓN DEL FÓSFORO TOTAL TRAS OXIDACIÓN CON ÁCIDO NÍTRICO - ÁCIDO SULFÚRICO	21
9 VIGENCIA	24
10 BIBLIOGRAFÍA	24
11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	25
APENDICES INFORMATIVOS	26
ANEXO A	26
ANEXO B	28



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-029 / 1-SCFI-2008

ANÁLISIS DE AGUA.-DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.- MÉTODO DE PRUEBA-(LAS PARTES DE ESTA NMX CANCELAN LA NMX-AA-029-SCFI-2001)

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL PHOSPHORUS IN
NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST
METHOD**

PARTE 1

MÉTODO ESPECTROMÉTRICO DE MOLIBDATO DE AMONIO

**DETERMINATION OF PHOSPHORUS — AMMONIUM MOLYBDATE
SPECTROMETRIC METHOD**

0 INTRODUCCIÓN

Esta norma mexicana especifica la determinación de diferentes formas de fósforo, en estado disuelto y no disuelto, presentes en las aguas subterráneas, superficiales y residuales con distintas concentraciones.

Es conveniente que el usuario de esta norma mexicana tenga presente que los problemas particulares pueden requerir la especificación de condiciones adicionales.

ADVERTENCIA - Los usuarios de esta norma mexicana deberán estar familiarizados con el trabajo de laboratorio. No se pretende abordar en esta norma mexicana todos los problemas de seguridad potenciales que pudiera



plantear su puesta en práctica. Es responsabilidad del usuario establecer prácticas apropiadas de seguridad y salud así como asegurar el cumplimiento de las condiciones exigidas por la reglamentación nacional. Es absolutamente esencial que los ensayos realizados conforme a esta norma mexicana se lleven a cabo por personal debidamente cualificado. Las soluciones de desecho de molibdato y de antimonio deberían eliminarse de forma adecuada.

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana especifica métodos para la determinación de:

- ortofosfato (véase el capítulo 4);
- ortofosfato tras extracción con disolvente (véase el capítulo 5)
- fosfato hidrolizable más ortofosfato (véase capítulo 6)
- fósforo total previa descomposición (véanse los capítulos 7 y 8).

Los métodos son aplicables en aguas naturales, potables, residuales, residuales tratadas incluyendo, el agua de mar y efluentes. Se puede determinar el contenido de fósforo en estas muestras, sin dilución, cuando su concentración esté comprendida entre 0,005 mg/L a 0,8 mg/L.

El procedimiento de extracción con disolvente permite determinar concentraciones inferiores de fósforo, con un límite de detección de aproximadamente 0,000 5 mg/L.

2 INTERFERENCIAS

Véanse en el anexo A algunas interferencias conocidas. Puede haber otras y se recomienda comprobar si existe alguna y, en tal caso, se toman medidas para su eliminación.

3 FUNDAMENTO

La reacción de los iones ortofosfato con una disolución ácida conteniendo iones molibdato y antimonio, forma un complejo antimonio-fosfomolibdato.

La reducción del complejo anterior con ácido ascórbico forma un complejo azul



fuertemente colorido de molibdeno. La medición de la absorbancia de este complejo determina la concentración de ortofosfato presente.

Los polifosfatos y ciertos compuestos organofosforados se determinan si se transforman, por hidrólisis con ácido sulfúrico, en ortofosfatos que reaccionan con el molibdato.

Muchos compuestos organofosforados se transforman en ortofosfato por mineralización con peroxodisulfato. Cuando es preciso un tratamiento más enérgico, utilizar la mineralización con una mezcla de ácidos nítrico y sulfúrico.

4 DETERMINACIÓN DE ORTOFOSFATO

4.1 Reactivos

Durante el análisis se utilizan sólo reactivos de calidad analítica reconocida y agua cuyo contenido en fosfato sea despreciable comparado con la concentración mínima a determinar en las muestras.

Para contenidos muy bajos de fosfato se recomienda utilizar agua bidestilada en un aparato que sea totalmente de vidrio.

4.1.1 Ácido sulfúrico, disolución, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 9 \text{ mol/l}$. Colocar 500 mL $\pm$ 5 mL de agua en un vaso de precipitados de 2 L. Añadir, cuidadosamente con agitación continua y enfriamiento, 500 mL $\pm$ 5 mL de ácido sulfúrico, $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$. Mezclar bien y dejar enfriar la disolución a temperatura ambiente.

4.1.2 Ácido sulfúrico, disolución, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4,5 \text{ mol/L}$. Colocar 500 mL $\pm$ 5 mL de agua en un vaso de precipitados de 2 L. Añadir, cuidadosamente con agitación continua y enfriamiento, 500 mL $\pm$ 5 mL de disolución de ácido sulfúrico (4.1.1). Mezclar bien y dejar enfriar la disolución a temperatura ambiente.

4.1.3 Ácido sulfúrico, disolución, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 2 \text{ mol/L}$. Colocar 300 mL $\pm$ 3 mL de agua en un vaso de precipitados de 1 L. Añadir, cuidadosamente con agitación continua y refrigeración, 110 mL $\pm$ 2 mL de disolución de ácido sulfúrico (4.1.1). Diluir a 500 mL $\pm$ 2 mL con agua y mezclar bien.

4.1.4 Hidróxido de sodio, disolución, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$. Disolver 80 g $\pm$ 1 g de



lentejas de hidróxido de sodio en agua, enfriar y diluir a 1 L con agua.

4.1.5 Ácido ascórbico, disolución, $\rho = 100 \text{ g/L}$. Disolver $10 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ de ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) en $100 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de agua.

NOTA - La disolución es estable durante dos semanas si se conserva en refrigeración, en un recipiente de vidrio color ámbar y puede utilizarse mientras se mantenga incolora.

4.1.6 Molibdato ácido, Disolución I. Disolver $13 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ de heptamolibdato amónico tetrahidratado $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en $100 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de agua. Disolver $0,35 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ de tartrato de antimonio y potasio, hemihidrato $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{L}/2\text{H}_2\text{O}]$ en $100 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de agua.

Añadir la disolución de molibdato a $300 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de ácido sulfúrico (4.1.1) con agitación constante. Añadir la disolución de tartrato y mezclar bien.

NOTA - El reactivo es estable al menos durante 2 meses si se conserva en un recipiente de vidrio color ámbar.

4.1.7 Molibdato ácido, Disolución II. Añadir cuidadosamente $230 \text{ mL} \pm 0,5 \text{ mL}$ de ácido sulfúrico (4.1.1) a $70 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de agua, enfriar. Disolver $13 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ de heptamolibdato amónico tetrahidratado $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en $100 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de agua. Añadir a la disolución de ácido y mezclar bien. Disolver $0,35 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ de tartrato de antimonio y potasio hemihidratado $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{L}/2\text{H}_2\text{O}]$ en $100 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de agua. Añadir a la disolución de molibdato ácido y mezclar bien.

Este reactivo se utiliza cuando la muestra se ha acidificado con ácido sulfúrico (4.1.2) (véanse los capítulos 6, 7 y 8).

NOTA - El reactivo es estable por al menos 2 meses si se conserva en un recipiente de vidrio color ámbar.

4.1.8 Reactivo de compensación del color-turbiedad. Mezclar dos partes de ácido sulfúrico (4.1.2), en volumen, con una parte, en volumen, de ácido ascórbico (4.1.5).

NOTA - El reactivo es estable durante varias semanas si se conserva en refrigeración en un recipiente de vidrio color ámbar.

4.1.9 Tiosulfato de sodio pentahidratado, disolución, $\rho = 12,0 \text{ g/L}$. Disolver $1,20 \pm$



0,05 g de tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en 100 mL $\pm$ 5 mL de agua. Añadir 0,05 g $\pm$ 0,005 g de carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) como preservador.

NOTA – El reactivo es estable durante al menos 4 semanas si se conserva en un recipiente de vidrio de color ámbar.

4.1.10 Disolución madre de ortofosfato, $\rho_p = 50$ mg/L. Secar unos pocos gramos de fosfato diácido de potasio a $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$, hasta peso constante. Disolver 0,2197 g $\pm$ 0,0002 g de KH_2PO_4 en aproximadamente 800 mL $\pm$ 10 mL de agua en un matraz aforado de 1000 mL. Añadir 10 mL $\pm$ 0,5 mL de ácido sulfúrico (4.1.2) y aforar con agua.

De forma alternativa puede utilizarse una disolución madre disponible comercialmente.

La disolución es estable durante al menos 3 meses si se conserva en un recipiente de vidrio bien tapado. Se recomienda refrigerar a una temperatura de aproximadamente 4°C .

4.1.11 Disolución patrón de ortofosfato, $\rho_p = 2$ mg/L. Tomar con una pipeta 20 mL $\pm$ 0,01 mL de disolución madre de ortofosfato (4.1.10) e introducir en un matraz aforado de 500 mL. Aforar con agua y mezclar bien.

Preparar esta disolución el día de su uso.

NOTA – 1 mL de esta disolución patrón contiene 2 μg de P.

4.1.12 Ácido clorhídrico, $\rho(\text{HCl}) = 1,19$ g/mL.

4.1.13 Ácido clorhídrico, $c(\text{HCl}) = 2,5$ mol/L. Añadir cuidadosamente 200 mL $\pm$ 10 mL de ácido clorhídrico (4.1.12) a 500 mL $\pm$ 10 mL de agua. Mezclar y enfriar a temperatura ambiente. Aforar con agua a 1000 mL.

4.2 Equipos

4.2.1 Espectrómetro de filtros, "prisma" o "red de difracción", capaz de alojar celdas con una longitud de paso óptico comprendido entre 10 mm y 50 mm.

El espectrómetro elegido debe ser adecuado para medir la absorbancia en las regiones del visible e infrarrojo cercano del espectro. La longitud de onda más



sensible es 880 nm, pero si se puede admitir cierta pérdida de sensibilidad, se puede medir la absorbancia a 700 nm.

NOTA – El límite de detección del método es más bajo si se dispone de un espectrómetro capaz de alojar celdas ópticas de 100 mm.

4.2.2 Dispositivo de filtración adecuado para filtros de membrana de tamaño nominal de poro de 0,45 μm .

4.2.3 Material de vidrio. Antes de su utilización, es preciso lavar todo el material de vidrio con ácido clorhídrico (4.1.13) a una temperatura aproximada de 40° C a 50° C y enjuagar bien con agua. No se deben utilizar detergentes que contengan fosfatos.

Es preferible que el material de vidrio se utilice únicamente para la determinación de fósforo. Después de su uso lavar tal y como se indicó anteriormente y guardar tapado hasta el momento que se vuelva a necesitar.

El material de vidrio utilizado para la etapa de desarrollo del color debe enjuagarse ocasionalmente con la disolución de hidróxido de sodio (4.1.4) y enjuagar con agua para eliminar los depósitos del complejo coloreado, que tiene tendencia a depositarse en forma de película fina en las paredes del material de vidrio.

4.3 Muestras y muestreo

4.3.1 Muestreo. Las muestras de laboratorio se toman en recipientes de polietileno, policloruro de vinilo o preferentemente en recipientes de vidrio. En caso de bajas concentraciones de fósforo utilizar recipientes de vidrio.

Es conveniente evitar el empleo de botes de muestreo con tapones con revestimiento interno, ya que éstos pueden contener fósforo.

4.3.2 Preparación de la muestra para el ensayo. Filtrar la muestra de laboratorio (4.3.1) dentro de las 4 h siguientes al momento del muestreo. Si en dicho intervalo la muestra se ha conservado refrigerada, permitir que alcance la temperatura ambiente antes de proceder a la filtración.

Lavar el filtro de membrana de tamaño nominal de poro 0,45 μm , para asegurarse de que se encuentra exento de fosfatos, haciendo pasar 200 mL de agua, previamente calentada a una temperatura de 30°C a 40°C. Desechar estos lavados. Filtrar la muestra y descartar los primeros 10 mL de filtrado. Recoger el resto en un



recipiente de vidrio limpio y seco para la determinación inmediata de ortofosfato (4.4.4).

Si el pH del filtrado no está comprendido en el intervalo de pH 3 a pH 10, ajustar con disolución de hidróxido de sodio (4.1.4) o con disolución de ácido sulfúrico (4.1.3).

El tiempo de filtrado no deberá exceder de 10 minutos. Si es necesario, utilizar un filtro de diámetro mayor.

Conviene controlar el contenido en fósforo de la membrana filtrante o lavar ésta conforme al procedimiento descrito. Es conveniente lavar, conforme al procedimiento descrito, los filtros disponibles comercialmente que se venden como exentos de fósforo.

4.4 Procedimiento

4.4.1 Porción de ensayo. Tomar un volumen de muestra no superior a 40 mL. Este volumen máximo es adecuado para la determinación de concentraciones de ortofosfato de hasta $\rho_p = 0,8 \text{ mg/L}$, cuando se utilizan celdas de 10 mm de longitud de paso óptico. Tomar alícuotas menores para adaptarse a concentraciones mayores de fosfatos, tal y como se indica en la tabla 1. De la misma manera, es posible determinar concentraciones de fosfato más bajas midiendo la absorbancia en una celda de 40 mm o 50 mm de longitud de paso óptico.

Tabla 1
Volúmenes y concentraciones de muestra

Concentración de mg/L	Volumen de la porción mL	Longitud de paso óptico mm
de 0,0 a 0,8	40,0	10
de 0,0 a 1,6	20,0	10
de 0,0 a 3,2	10,0	10
de 0,0 a 6,4	5,0	10
de 0,0 a 0,2	40,0	40 ó 50

4.4.2 Blanco de ensayo. Analizar en paralelo un blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de reactivos que en la determinación, pero utilizando el volumen correspondiente de agua en lugar de la



muestra.

4.4.3 Calibración

4.4.3.1 Preparación de las disoluciones de calibración. Transferir con ayuda de una pipeta volumétrica los volúmenes apropiados, por ejemplo 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, 6,0 mL, 7,0 mL, 8,0 mL, 9,0 mL y 10,0 mL de la disolución patrón de ortofosfato (4.1.11) a distintos matraces aforados de 50 mL. Diluir con agua hasta aproximadamente 40 mL. Estas soluciones tienen concentraciones de ortofosfato de $p_p = 0,04 \text{ mg/L}$ a $0,4 \text{ mg/L}$. Esta preparación es un ejemplo y se puede variar el intervalo de la concentración de trabajo de acuerdo con lo indicado en la tabla 1

Se procede en consecuencia para los otros intervalos de concentración de fosfatos que se indican en la tabla 1.

4.4.3.2 Desarrollo del color. Añadir a cada matraz, mientras se agita, 1 mL de ácido ascórbico (4.1.5) y a continuación, 2 mL de solución I de molibdato ácido (4.1.6). Aforar con agua y mezclar bien.

NOTA – La absorbancia medida a 700 nm implica una pérdida de aproximadamente el 30% de la sensibilidad obtenida a 880 nm.

4.4.3.3 Medidas espectrométricas. Medir la absorbancia de cada disolución en el espectrómetro (4.2.1) a 880 nm, una vez transcurridos entre 10 min y 30 min, o bien a 700 nm si es admisible una pérdida de sensibilidad. Utilizar agua en la celda de referencia.

Nota- seguir las instrucciones del fabricante del equipo en cuanto a la resta automática del blanco de ensayo.

4.4.3.4 Construcción de la curva de calibración. Graficar la absorbancia de las disoluciones de calibración (eje y) en función de su concentración de fósforo, expresada en miligramos de fósforo por litro, (eje x). La relación entre la absorbancia y la concentración es lineal. Determinar la pendiente de la curva.

Se verifica periódicamente la linealidad de la curva, especialmente cuando se utilicen nuevos lotes de reactivos químicos.

4.4.4 Determinación



4.4.4.1 Desarrollo del color

4.4.4.1.1 Procedimiento estándar. Introducir el volumen seleccionado de la porción de prueba (4.4.1), V_s en un matraz aforado de 50 mL y, si es necesario, diluir a aproximadamente 40 mL $\pm$ 2 mL con agua. Proceder tal y como se indica en el apartado 4.4.3.2.

Si la muestra a analizar contiene arseniato, conviene reducirlo a arsenito con tiosulfato en medio ácido. La reducción a arsenito es cuantitativa para concentraciones de arseniato de hasta al menos 2 mg As/L, tal y como se describe a continuación.

Transferir hasta un máximo de 40 mL de volumen de prueba a un matraz aforado de 50 mL. Añadir 0,4 mL de ácido sulfúrico (4.1.2), 1 mL de disolución de ácido ascórbico (4.1.5) y 1 mL de disolución de tiosulfato (4.1.9). Mezclar bien y dejar que se proceda la reducción durante 10 min $\pm$ 1 min. Añadir 2 mL de la solución II de molibdato ácido (4.1.7). Aforar con agua y mezclar bien. Proceder tal y como se describe en el apartado 4.4.3.3.

4.4.4.1.2 Procedimiento a aplicar para muestras turbias. Si la muestra de prueba está turbia y/o tiene color, se recomienda utilizar el procedimiento que se describe a continuación.

Añadir 3 mL del reactivo de compensación de la turbiedad-color (4.1.8) al volumen seleccionado de muestra. Diluir a 50 mL y medir la absorbancia. Restar la absorbancia de esta disolución del valor medido conforme al apartado 4.4.3.3.

4.4.4.2 Medidas espectrométricas. Ver el apartado 4.4.3.3

Si debido a la interferencia del arseniato, la muestra se ha tratado con tiosulfato, conviene realizar las medidas dentro de los 10 min siguientes; si no es así, puede producirse decoloración.

4.5 Expresión de resultados

4.5.1 Cálculos. La concentración de ortofosfato, ρ_P , expresada en miligramos por litro (mg/L), se calcula utilizando la ecuación:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{máx}}{f \times V_s}$$



donde

A es la absorbancia de la porción de prueba;

A_0 es la absorbancia del blanco de ensayo;

f es la pendiente de la curva de calibración (4.4.3.4), en litros por miligramo (L/mg)

$V_{\text{máx.}}$ es el volumen del matraz aforado (50 mL), en mililitros (mL);

V_S es el volumen de la porción de prueba tomado, en mililitros (mL).

Reportar las concentraciones de fósforo tal y como se indica a continuación, utilizando un máximo de tres cifras significativas:

- $\rho_P < 0,1 \text{ mg/L}$, con una aproximación de $\pm 0,001 \text{ mg/L}$;
- $\rho_P < 10 \text{ mg/L}$, con una aproximación de $\pm 0,01 \text{ mg/L}$;
- $\rho_P \geq 10 \text{ mg/L}$, con una aproximación de $\pm 0,1 \text{ mg/L}$.

4.5.2 Precisión. Los datos de precisión que se dan en la tabla B.I proceden de una prueba interlaboratorios en la que participaron 16 laboratorios.

NOTA – Véase el anexo A en lo que respecta a las interferencias.

4.6 Reporte de prueba

El reporte de prueba debe contener la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) una referencia a esta norma mexicana;
- c) una referencia al método utilizado, y al número del capítulo;
- d) los resultados obtenidos;
- e) todos los detalles operativos no incluidos en esta sección o considerados como opcionales, junto con cualquier circunstancia que haya podido tener influencia



sobre los resultados.

5 DETERMINACIÓN DE ORTOFOSFATO TRAS EXTRACCIÓN CON DISOLVENTE

5.1 Aplicabilidad

Este método es aplicable únicamente cuando la concentración de fosfato en la muestra es menor a 0,01 mg P/L. El método es especialmente adecuado para el agua de mar.

5.2 Reactivos

Se usan los reactivos especificados en 4.1.5, 4.1.6 y 4.1.10 y además:

5.2.1 1 – Hexanol ($C_6H_{13}OH$).

5.2.2 Etanol (C_2H_5OH).

5.2.3 Ortofosfato, disolución patrón, $\rho_p = 0,5$ mg P/1. Tomar 5,0 mL $\pm$ 0,01 mL de la disolución madre de ortofosfato (4.1.10) e introducir en un matraz aforado de 500 mL. Aforar con agua y mezclar bien.

Esta disolución se prepara el mismo día de su utilización.

5.3 Muestras y muestreo

Ver el apartado 4.3.

5.4 Procedimiento

5.4.1 Porción de prueba. Con una probeta medir 350 mL $\pm$ 5 mL de la muestra de prueba (4.3) y trasvasar a un embudo de separación de 500 mL.

5.4.2 Blanco de ensayo. Analizar en paralelo un blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de reactivos que en la determinación, pero utilizando 350 mL de agua en lugar de la muestra.

5.4.3 Calibración

5.4.3.1 Preparación de las disoluciones de calibración. Añadir 300 mL $\pm$ 10 mL de



agua a cinco embudos de separación de 500 mL con una microbureta o equipo similar, 1,4 mL; 2,8 mL; 4,2 mL; 5,6 mL y 7,0 mL de disolución patrón de ortofosfato (5.2.3) a los distintos embudos de separación. Diluir con agua cada disolución a 350 mL $\pm$ 10 mL, tapar, agitar y mezclar. Estas soluciones corresponden a concentraciones de ortofosfato, ρ_p , de 0,002 mg/I, 0,004 mg/L, 0,006 mg/L, 0,008 mg/1 y 0,01 mg/1, respectivamente.

5.4.3.2 Desarrollo del color. Añadir a cada embudo de separación, mientras se agita, 7,0 mL $\pm$ 0,1 mL de disolución de ácido ascórbico (4.1.5) y 14,0 mL $\pm$ 0,1 mL de disolución I de molibdato ácido (4.1.6).

Transcurridos 15 min, añadir 40,0 mL $\pm$ 0,1 mL de 1-hexanol (5.2.1) a cada embudo de separación y tapar. Agitar vigorosamente durante 1 min. Permitir que se separen las fases y tomar con una pipeta, 30 mL $\pm$ 0,01 mL de cada uno de los extractos superiores de 1-hexanol y trasvasar a una serie de matraces volumétricos de 50 mL, bien secos. Añadir 1,0 mL $\pm$ 0,2 mL de etanol (5.2.2) a cada matraz y aforar con 1-hexanol.

5.4.3.3 Medición espectrométrica. Medir la absorbancia de cada una de extractos a 680 nm en celdas de 40 mm a 50 mm de longitud de paso óptico, frente al 1-hexanol contenido en la celda de referencia.

5.4.3.4 Construcción de la curva de calibración. Graficar las absorbancias (eje y) frente a la concentración de fósforo de las disoluciones de calibración (eje x), expresada en miligramos por litro. Determinar la pendiente de la curva.

Verificar periódicamente la linealidad, especialmente cuando haya cambio de lote de reactivos.

5.4.4 Determinación

5.4.4.1 Desarrollo del color. Las porciones de prueba (5.4.1) deben recibir el mismo tratamiento que el descrito en el apartado 5.4.3.2 para las disoluciones de calibración.

5.4.4.2 Medidas espectrométricas. Véase el apartado 5.4.3.3.

5.5 Expresión de los resultados

La concentración de ortofosfato ρ_p , expresada en miligramos por litro (mg/L), se calcula utilizando la ecuación:



$$\rho_p = \frac{A - A_0}{f}$$

donde

A es la absorbancia de la porción de prueba;

A_0 es la absorbancia del blanco de ensayo;

f es la pendiente de la curva de calibración (5.4.3.4), en litros por miligramo (L/mg);

Las concentraciones de fósforo se expresan con una aproximación de 0,001 mg/L y para los valores menores de 0,0005 mg/L debe indicarse como $\rho_p < 0,0005$ mg/L.

NOTA – Véase el anexo A en lo que respecta a las interferencias.

5.6 Reporte de la prueba

El reporte de prueba debe contener la siguiente información:

- toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- una referencia a esta norma mexicana;
- una referencia al método utilizado, y al número del capítulo;
- los resultados obtenidos;
- todos los detalles operativos no incluidos en esta sección o considerados como opcionales, junto con cualquier circunstancia que haya podido tener influencia sobre los resultados.

6 DETERMINACIÓN DE FOSFATO HIDROLIZABLE Y ORTOFOSFATO

6.1 Reactivos

Se utilizan los reactivos especificados en los apartados 4.1.2, 4.1.4, 4.1.5, 4.1.7 y



4.1.11.

6.2 Equipos

Ver el apartado 4.2.

6.3 Muestras y muestreo

6.3.1 Muestreo. Ver el apartado 4.3.1.

6.3.2 Preparación de la muestra de ensayo. Filtrar la muestra (4.3.1), tal y como se describe en el apartado 4.3.2 y analizar análisis lo antes posible después del muestreo. Si la muestra se ha conservado refrigerada (5°C a 10°C), permitir que alcance la temperatura ambiente antes de filtrar.

Añadir 1 mL de ácido sulfúrico (4.1.2) por cada 100 mL de muestra filtrada para alcanzar un pH de aproximadamente 1. Mantener el filtrado en la oscuridad y con refrigeración hasta el momento del análisis.

6.4 Procedimiento

6.4.1 Porción de prueba. En función de la concentración de fosfato esperada en la muestra (véase la tabla 1), trasvasar un máximo de 40 mL de muestra de prueba (6.3.2) a un matraz Erlenmeyer. Si es necesario, diluir a 40 mL $\pm$ 2 mL con agua. Acidificar con ácido sulfúrico (4.1.2) hasta pH < 1 y hervir suavemente durante aproximadamente 30 min. Añadir periódicamente, cantidad suficiente de agua para que el volumen se mantenga entre 25 mL y 35 mL. Enfriar y ajustar a un pH comprendido entre pH 3 y pH 10 con disolución de hidróxido de sodio (4.1.4) y transferir a un matraz volumétrico de 50 mL; diluir con agua hasta aproximadamente 40 mL.

De forma alternativa, se puede mineralizar el filtrado acidificado en un recipiente cerrado durante aproximadamente 30 min en un autoclave a una temperatura comprendida entre 115°C y 120°C.

6.4.2 Blanco de ensayo. Analizar en paralelo un blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de reactivos que en la determinación, pero utilizando agua acidificada en la misma proporción que la porción de prueba.

6.4.3 Calibración

6.4.3.1 Preparación de las soluciones de calibración. Transferir con ayuda de una pipeta volumétrica los volúmenes apropiados, por ejemplo 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, 6,0 mL, 7,0 mL, 8,0 mL, 9,0 mL y 10,0 mL de la disolución patrón de ortofosfato (4.1.11) a distintos matraces aforados de 50 mL. Diluir con agua hasta aproximadamente 40 mL. Estas disoluciones tienen concentraciones de ortofosfato de $\rho_P = 0,04$ mg/L a 0,4 mg/L. Esta preparación es un ejemplo y se puede variar el intervalo de la concentración de trabajo de acuerdo con lo indicado en la tabla 1.

Acidificar con ácido sulfúrico (4.1.2) hasta $\text{pH} < 1$, hervir suavemente por aproximadamente 30 min y continuar de acuerdo con el apartado 6.4.1

6.4.3.2 Desarrollo del color. Añadir a cada matraz, mientras se agita, 1 mL de ácido ascórbico (4.1.5) y a continuación, 2 mL de disolución II de molibdato ácido (4.1.7). Aforar con agua.

6.4.3.3 Medición espectrométrica. Ver el apartado 4.4.3.3.

6.4.3.4 Construcción de la curva de calibración. Ver el apartado 4.4.3.4.

6.4.4 Determinación

6.4.4.1 Desarrollo del color. Proceder según el apartado 6.4.3.2, utilizando la porción de prueba (6.4.1).

6.4.4.2 Medición espectrométrica. Ver el apartado 4.4.3.3.

6.5 Expresión de resultados

6.5.1 Cálculos. La concentración de ortofosfato más fosfato hidrolizable, ρ_P , expresada en miligramos por litro (mg/L), se calcula utilizando la ecuación:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{\text{máx}}}{f \times V_s}$$

donde

A es la absorbancia de la porción de prueba;

A_0 es la absorbancia del blanco de ensayo;

f es la pendiente de la curva de calibración (4.4.3.4), en litros por



miligramo (L/mg);
 $V_{\text{máx.}}$ es el volumen del matraz aforado (50 mL), en mililitros (mL);
 V_s es el volumen real de la porción de prueba, en mililitros (mL).

Es preciso tener en cuenta cualquier dilución realizada, así como la dilución provocada por la adición de ácido sulfúrico.

Las concentraciones máscas de fósforo se expresan como se indica a continuación, sin utilizar más de tres cifras significativas:

- $\rho_P < 0,1$ mg/L, con una aproximación de 0,001 mg/L;
- $\rho_P < 10$ mg/L, con una aproximación de 0,01 mg/L;
- $\rho_P \geq 10$ mg/L, con una aproximación de 0,1 mg/L.

6.5.2 Precisión. En una prueba interlaboratorios, en la que intervinieron 15 laboratorios, se obtuvieron los valores de precisión reflejados en la tabla B.2 (véase también la tabla B.I).

NOTA – Véase el anexo A para más información sobre interferencias.

6.6 Reporte de prueba

El reporte de prueba debe contener la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) una referencia a esta norma mexicana;
- c) una referencia al método utilizado y el número del capítulo correspondiente;
- d) los resultados obtenidos;
- e) descripción detallada de cualquier procedimiento no incluido en esta sección, o
- f) considerado opcional, junto con cualquier circunstancia que pueda haber tenido influencia sobre los resultados.

7 DETERMINACIÓN DEL FÓSFORO TOTAL TRAS OXIDACIÓN CON

PEROXIDISULFATO

7.1 Reactivos

Se utilizan los reactivos especificados en los apartados 4.1.2, 4.1.3, 4.1.4, 4.1.5, 4.1.7, 4.1.8, 4.1.9 y 4.1.11, y, además:

7.1.1 Disolución de peroxidisulfato de potasio. Añadir $5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de peroxidisulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) a $100 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ de agua. Agitar hasta disolver.

NOTA - Si la disolución sobresaturada se conserva a temperatura ambiente, en un recipiente de vidrio borosilicato color ámbar y protegido de la luz solar directa, es estable al menos durante 2 semanas.

7.2 Equipos

Ver el apartado 4.2 y, además:

7.2.1 Matraces de vidrio borosilicato, 100 mL, con tapones de vidrio cerrados herméticamente con pinzas metálicas (para la determinación del fósforo total por el método de peroxidisulfato en autoclave). También son adecuados los recipientes o matraces cónicos de polipropileno (con tapón de rosca).

Limpiar los matraces o recipientes antes de su uso por adición de aproximadamente 50 mL de agua y 2 mL de ácido sulfúrico (ver 8.1.1). Introducir en un autoclave durante 30 min a una temperatura de operación comprendida entre 115°C y 120°C , enfriar y enjuagar con agua. Repetir el procedimiento varias veces y guardar los recipientes tapados.

7.3 Muestras y muestreo

7.3.1 Muestreo. Ver el apartado 4.3.1.

7.3.2 Preparación de la muestra para prueba. Añadir 1 mL de ácido sulfúrico (4.1.2) por cada 100 mL de muestra no filtrada. Es conveniente que la muestra acidificada tenga un pH de aproximadamente 1; en caso contrario, ajustar el pH con disolución de hidróxido de sodio (4.1.4) o con ácido sulfúrico (4.1.3).

Conservar la muestra refrigerada y en la oscuridad hasta el momento del análisis.

Para determinar el fósforo total disuelto, filtrar la muestra de acuerdo al apartado



6.3.2.

7.4 Procedimiento

7.4.1 Porción de prueba. La oxidación con peroxidisulfato no es efectiva en presencia de cantidades elevadas de materia orgánica; en este caso, será necesario proceder a la oxidación con ácido sulfúrico-ácido nítrico (ver capítulo 8).

Tomar 40 mL, como máximo, de la muestra de prueba (7.3.2) en un matraz Erlenmeyer de 100 mL. Diluir con agua, en caso necesario, hasta un volumen de 40 mL $\pm$ 2 mL. Añadir 4 mL de disolución de peroxidisulfato de potasio (7.1.1) y hervir suavemente durante 30 min, aproximadamente. Periódicamente, añadir agua en cantidad suficiente para que el volumen se encuentre entre 25 mL y 35 mL. Enfriar y ajustar a un pH comprendido entre pH 3 y pH 10 con disolución de hidróxido de sodio (4.1.4) o ácido sulfúrico (4.1.3) y transferir a un matraz volumétrico de 50 mL; diluir con agua hasta aproximadamente 40 mL.

Alternativamente, la mineralización puede realizarse en un autoclave durante 30 minutos a una temperatura comprendida entre 115°C y 120°C.

NOTA 1 - Un período de treinta minutos generalmente es suficiente para mineralizar los compuestos de fósforo; algunos ácidos polifosfónicos precisan hasta 90 min para su hidrólisis.

NOTA 2 - El arseniato presente produce interferencias. Todo el arsénico presente en origen será oxidado a arseniato bajo las condiciones descritas en este apartado y, por tanto, también producirá interferencias.

Si se conoce o sospecha de la presencia de arsénico en la muestra, la interferencia debe eliminarse. Para ello, se trata la disolución con tiosulfato de sodio (4.1.9) inmediatamente después de la etapa de mineralización. En el caso de agua de mar mineralizada en autoclave, se debe eliminar el cloro libre por ebullición por aproximadamente 2 min, antes de la reducción del arseniato con tiosulfato.

7.4.2 Blanco de ensayo. Analizar en paralelo un blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de reactivos que en la determinación, pero utilizando agua en la misma proporción que la porción de prueba.

7.4.3 Calibración



7.4.3.1 Preparación de las disoluciones de calibración. Transferir con ayuda de una pipeta volumétrica los volúmenes apropiados, por ejemplo 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, 6,0 mL, 7,0 mL, 8,0 mL, 9,0 mL y 10,0 mL de la disolución patrón de ortofosfato (4.1.11) a distintos matraces Erlenmeyer de 100 mL. Diluir con agua hasta aproximadamente 40 mL. Estas disoluciones tienen concentraciones de ortofosfato de $\rho_P = 0,04$ mg/L a 0,4 mg/L. Esta preparación es un ejemplo y se puede variar el intervalo de la concentración de trabajo de acuerdo con lo indicado en la tabla 1. Proceder como se especifica en 7.4.1 desde "añadir 4 mL de la disolución de peroxidisulfato (7.1.1) y hervir suavemente por aproximadamente 30 min".

7.4.3.2 Desarrollo del color. Añadir a cada matraz de 50 mL, mientras se agita, 1 mL de ácido ascórbico (4.1.5) y transcurridos 30 s, 2 mL de disolución II de molibdato ácido (4.1.7). Aforar con agua y mezclar bien.

7.4.3.3 Medición espectrométrica. Ver el apartado 4.4.3.3.

7.4.3.4 Construcción de la curva de calibración. Ver el apartado 4.4.3.4.

7.4.4 Determinación

7.4.4.1 Desarrollo del color. Preparar la porción de prueba conforme al apartado 7.4.1 y proceder según el apartado 7.4.3.2.

Si la muestra de prueba está turbia y/o presenta coloración, se recomienda utilizar el siguiente procedimiento:

Añadir 3 mL del reactivo de compensación de la turbiedad-color (4.1.8) al volumen seleccionado de la porción de prueba mineralizada con peroxidisulfato. Diluir con agua a 50 mL y medir la absorbancia. Se resta la absorbancia de la disolución del valor medido conforme a lo indicado en el apartado 4.4.3.3.

7.4.4.2 Medición espectrométrica. Ver el apartado 4.4.3.3.

7.5 Expresión de resultados

7.5.1 Cálculos. Calcular la concentración de fósforo total, ρ_P , expresada en miligramos por litro, mediante la siguiente ecuación:



$$\rho_p = \frac{(A - A_0) V_{máx}}{f \times V_s}$$

donde

- A es la absorbancia de la porción de prueba;
 A_0 es la absorbancia del blanco de ensayo;
 f es la pendiente de la curva de calibración (4.4.3.4), expresada en litros por miligramo (L/mg);
 $V_{máx}$ es el volumen del matraz aforado (50 mL), expresada en mililitros (mL);
 V_s es el volumen real de la porción de ensayo, expresado en mililitros (mL).

Tener en cuenta cualquier dilución que se haya aplicado así como la dilución que haya supuesto la adición de ácido sulfúrico.

Las concentraciones máscas de fósforo se expresan como se indica a continuación, pero sin utilizar más de tres cifras significativas:

- $\rho_P < 0,1$ mg/L, con una aproximación de 0,001 mg/L;
- $\rho_P < 10$ mg/L, con una aproximación de 0,01 mg/L;
- $\rho_P \geq 10$ mg/L, con una aproximación de 0,1 mg/L.

7.5.2 Precisión. En una prueba interlaboratorios, en la que intervinieron 16 laboratorios, se obtuvieron los valores de precisión reflejados en la tabla B.3.

NOTA – Ver el anexo A para más información sobre interferencias.

7.6 Reporte de prueba

El reporte de prueba debe contener la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) una referencia a esta norma mexicana;
- c) una referencia al método utilizado y el número del capítulo correspondiente;
- d) los resultados obtenidos;



- e) descripción detallada de cualquier procedimiento no incluido en esta sección, o considerado opcional, junto con cualquier circunstancia que pueda haber tenido influencia sobre los resultados.

8 DETERMINACIÓN DEL FÓSFORO TOTAL TRAS OXIDACIÓN CON ÁCIDO NÍTRICO - ÁCIDO SULFÚRICO

8.1 Reactivos

Se utilizan los reactivos especificados en los apartados 4.1.2, 4.1.5, 4.1.7, 4.1.9 y además:

8.1.1 Ácido sulfúrico, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/mL}$

8.1.2 Ácido nítrico, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/mL}$.

8.1.3 Hidróxido de sodio, $c(\text{NaOH}) = 8 \text{ mol/L}$ de disolución. Disolver $64 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ de lentejas de hidróxido de sodio en $150 \text{ mL} \pm 10 \text{ mL}$ de agua, enfriar y diluir con agua hasta $200 \text{ mL} \pm 10 \text{ mL}$. Conservar en un recipiente de polietileno.

8.2 Equipos

Ver el apartado 4.2 y además:

8.2.1 Matraces Kjeldahl, 200 mL.

8.3 Muestras y muestreo

8.3.1 Muestreo. Ver el apartado 4.3.1.

8.3.2 Preparación de la muestra de ensayo. Añadir 1 mL de ácido sulfúrico (4.1.2) por cada 100 mL de muestra sin filtrar. Es conveniente que la muestra acidificada tenga un pH aproximadamente de 1. En caso contrario, se ajusta el pH con la disolución de hidróxido de sodio (4.1.4) o con ácido sulfúrico (4.1.3). Conservar en lugar frío y en la oscuridad hasta su análisis.

Para determinar el fósforo total disuelto, filtrar la muestra de acuerdo al apartado 6.3.2.



8.4 Procedimiento

8.4.1 Porción de prueba

ATENCIÓN: Es necesario llevar a cabo este procedimiento dentro de una campana de extracción de humos

Tomar un volumen de la muestra de ensayo (8.3.2) de 40 mL, como máximo, introducir en un matraz Kjeldahl (8.2.1). Añadir cuidadosamente 2 mL de ácido sulfúrico (8.1.1) y agitar para mezclar. Añadir perlas de ebullición y calentar suavemente hasta la aparición de humos blancos. Enfriar y añadir, gota a gota y con precaución, 0,5 mL de ácido nítrico (8.1.2) mientras se agita. Calentar hasta que cese la formación de humos cafés. Después de enfriar se continúa el tratamiento, si fuera necesario, con la adición de ácido nítrico, gota a gota, hasta obtener una disolución incolora y transparente. Enfriar, añadir cuidadosamente 10 mL de agua con agitación constante y calentar hasta aparición de humos blancos. Después de enfriar, añadir con precaución 20 mL de agua, mientras se agita constantemente. Adicionar, cuidadosamente y enfriando, la disolución de hidróxido de sodio (8.1.3), con agitación constante, a fin de ajustar el pH de la disolución entre pH 3 y pH 10. Después de enfriar, se transfiere la disolución a un matraz volumétrico de 50 mL. Enjuagar el matraz Kjeldahl varias veces con pequeños volúmenes de agua, transferir los lavados al contenido del matraz volumétrico.

En cuanto a la interferencia del arsénico, véanse el apartado 4.4.4 y el capítulo A.2.

8.4.2 Blanco de ensayo. Analizar en paralelo un blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de reactivos que en la determinación, pero utilizando agua en la misma proporción que la porción de prueba.

8.4.3 Calibración

8.4.3.1 Preparación de las disoluciones de calibración. Transferir, con pipeta volumétrica, los volúmenes apropiados, por ejemplo 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, 6,0 mL, 7,0 mL, 8,0 mL, 9,0 mL y 10,0 mL de la disolución patrón de ortofosfato (4.1.11) a una serie de matraces Kjeldahl de 200 mL.

Estas disoluciones presentan concentraciones de ortofosfato de $\rho_p = 0,04$ mg/L a 0,4 mg/L. Proceder como se especifica en el apartado 8.4.1 desde "Añadir 2 mL de ácido sulfúrico (8.1.1) y agitar para mezclar".



8.4.3.2 Desarrollo del color. Añadir a cada matraz de 50 mL, mientras se agita, 1 mL de ácido ascórbico (4.1.5) y, transcurridos 30 s, 2 mL de solución II de molibdato ácido (4.1.7). Aforar con agua y mezclar.

8.4.3.3 Medición espectrométrica. Ver el apartado 4.4.3.3.

8.4.3.4 Construcción de la curva de calibración. Ver el apartado 4.4.3.4.

8.4.4 Determinación

8.4.4.1 Desarrollo del color. Proceder de acuerdo a lo indicado en el apartado 8.4.3.2 utilizando la porción de prueba indicada en el apartado 8.4.1.

8.4.4.2 Medición espectrométrica. Ver el apartado 4.4.3.3.

8.5 Expresión de resultados

8.5.1 Cálculos. Calcular la concentración de fósforo total, ρ_P , expresada en miligramos por litro, mediante la siguiente ecuación:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{máx}}{f \times V_s}$$

donde

A es la absorbancia de la porción de prueba;

A_0 es la absorbancia del blanco de ensayo;

f es la pendiente de la curva de calibración (4.4.3.4), expresada en litros por miligramo (L/mg);

$V_{máx}$ es el volumen del matraz volumétrico (50 mL), expresada en mililitros (mL);

V_s es el volumen real de la porción de ensayo, expresado en mililitros (mL).

Tomar cuenta cualquier dilución que se haya aplicado así como la dilución que haya supuesto la adición de ácido sulfúrico.

Las concentraciones máscas de fósforo se expresan como se indica a continuación, pero sin utilizar más de tres cifras significativas:

- $\rho_P < 0,1$ mg/L, con una aproximación de 0,001 mg/L;



- $\rho_P < 10 \text{ mg/L}$, con una aproximación de 0,01 mg/L;
- $\rho_P \geq 10 \text{ mg/L}$, con una aproximación de 0,1 mg/L.

8.5.2 Precisión. En una prueba interlaboratorios, en la que intervinieron 16 laboratorios, se obtuvieron los valores de precisión reflejados en la tabla B.3.

NOTA – Ver el anexo A para más información sobre interferencias.

8.6 Reporte de prueba

El reporte de prueba debe contener la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) una referencia a esta norma mexicana
- c) una referencia al método utilizado y el número del capítulo correspondiente;
- d) los resultados obtenidos;
- e) descripción detallada de cualquier procedimiento no incluido en esta sección, 0 considerado opcional, junto con cualquier circunstancia que pueda haber tenido influencia sobre los resultados.

9 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**.

10 BIBLIOGRAFÍA

- 1.- ISO 6878:2004 *Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate spectrometric method*.
- 2.- Schouwenberg, J.C. and Walings, I. *Anal Chem. Acta*, 37, 1967, pp. 271-274.
- 3.- Koroleff, F. *Methods on Seawater Analysis*. Weinheim, Verlag Chemie GmbH,

1977, and 2nd ed., 1983.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide totalmente con la norma internacional ISO 6878:2004 Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate spectrometric method.

México D. F., a

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

APENDICE INFORMATIVO

ANEXO A

INTERFERENCIAS (Informativo)

A.1 Silicato

Concentraciones de silicato de hasta 5 mg/L de Si no interfieren. Sin embargo, concentraciones más elevadas producen un incremento en la absorbancia.

Después de un tiempo de reacción de 30 min, se obtienen los valores reflejados en la tabla A.1.

Tabla A.1
Influencia de los iones silicato en el resultado del análisis

Concentración de silicato, como mg / L	Concentración equivalente de fosfato, mg / L
10	0,005
25	0,015
50	0,025

A.2 Arseniato

El arseniato origina una coloración similar a la producida por el ortofosfato. Esta interferencia puede eliminarse por reducción del arseniato a arsenito (ver 4.4.4.1.1) con tiosulfato de sodio (4.1.9).

A.3 Azufre sulfhídrico

EI azufre sulfhídrico es tolerable en concentraciones de hasta 2 mg/L de S. Concentraciones más elevadas pueden disminuir hasta un nivel aceptable haciendo pasar nitrógeno gas a través de la muestra acidificada (acidificación según se indica en el apartado 6.4.1).

A.4 Fluoruro



Son tolerables concentraciones de fluoruro de hasta 70 mg/L. Las concentraciones superiores a 200 mg/L inhiben totalmente el desarrollo del color.

A.5 Metales de transición

A.5.1 EI hierro influye en la intensidad del color, pero el efecto de una concentración de 10 mg/L de Fe tiene una incidencia inferior al 5%. EI incremento en la coloración provocado por el vanadato es lineal y tiene un valor aproximado de un 5% para una concentración de 10 mg/L de vanadio.

A.5.2 EI cromo (III) y el cromo (VI), en concentraciones de hasta 10 mg/L no interfieren, pero una concentración de, aproximadamente, 50 mg/L de Cr aumenta la absorbancia en un valor alrededor del 5%.

A.5.3 El cobre en concentraciones de hasta 10 mg/L no interfiere.

A.6 Agua de mar

Las variaciones en la salinidad tienen una influencia despreciable en la intensidad del color.

A.7 Nitrito

Si la concentración de nitrito supera los 3,29 mg/L, puede producirse decoloración. Un ligero exceso de ácido sulfámico descompone eficazmente los nitritos; 100 mg de ácido son suficientes para tratar una concentración de nitritos de 32,9 mg/L.

ANEXO B

DATOS DE PRECISIÓN (Informativo)

Los datos de precisión reflejados en la tabla B.1 se obtuvieron en un ensayo interlaboratorios organizado por Finlandia, en el que intervinieron 16 laboratorios, siguiendo el método especificado en el capítulo 4.

Tabla B.1
Datos de precisión para el método del capítulo 4

Descripción de las muestras	Número de muestras <i>n</i>	Media mg/L	Desviación estándar		
			Repetibilidad	Reproducibilidad	
			Absoluta mg/L	Absoluta mg/L	Relativa %
Ortofosfato en presencia de polifosfato	70	0,057 6	0,0022	0,010 8	18,8
Ortofosfato	69	0,312 7	0,004 81	0,032 4	10,4
Ortofosfato en presencia de arseniato y de polifosfato	78	0,192	0,004 01	0,034 8	18,1
Ortofosfato en presencia de arseniato	78	0,101 3	0,005 77	0,022 1	21,8

Los datos de precisión reflejados en la tabla B.2 se obtuvieron en una prueba interlaboratorios en la que intervinieron 15 laboratorios, siguiendo el método especificado en el capítulo 6.

Tabla B.2 Datos de precisión para el método del capítulo 6

Descripción de las muestras	Número de muestras <i>n</i>	Media mg/L	Desviación estándar		
			Repetibilidad	Reproducibilidad	
			Absoluta mg/L	Absoluta mg/L	Relativa %
Polifosfato	79	0,179 2	0,006 59	0,044 6	24,8
Polifosfato en presencia de fósforo enlazado orgánicamente	65	0,174 9	0,007 09	0,025 9	14,8



Los datos de precisión reflejados en la tabla B.3 se obtuvieron en una prueba interlaboratorios en la que intervinieron 16 laboratorios. Se han seguido los métodos de oxidación con peroxidisulfato y de digestión con ácido sulfúrico-ácido nítrico, sin observarse diferencias significativas para las muestras analizadas.



Tabla B.3
Datos de precisión para el método de los capítulos 7 y 8

Descripción de las muestras	Número de muestras <i>n</i>	Media mg/L	Desviación estándar		
			Repetibilidad Absoluta mg/L	Reproducibilidad	
				Absoluta mg/L	Relativa %
Fósforo enlazado orgánicamente y sulfonato de índigo	70	0,068 7	0,003 83	0,008 32	12,0
Fósforo enlazado orgánicamente y floroglucina	58	0,438 1	0,001 28	0,036 9	8,4