CDU: 62.001.4:543.3:547.56
CANCELA A LAS
NMX-AA-050-1981

NMX-AA-050-SCFI-2001

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE FENOLES TOTALES EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-050-1981)

WATER ANALISIS - DETERMINATION OF TOTAL PHENOLS IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Los fenoles, definidos como hidroxiderivados del benceno y sus núcleos condensados, pueden estar presentes en las aguas residuales domésticas e industriales (desinfectantes, fungicidas, germicidas y conservadores), en las aguas naturales y en los suministros de agua potable. La cloración de tales aguas pueden producir clorofenoles olorosos, que producen mal sabor y que son carcinogénicos. Los procesos de eliminación de los fenoles en el tratamiento del agua incluyen la supercloración, tratamiento con dióxido de cloro o cloramina, la ozonización y adsorción con carbón activado. Para poder realizar de manera adecuada esta eliminación, el prevenir problemas y daños a los ecosistemas, así como de evitar los riesgos a la salud humana es muy importante el conocer cuantitativamente la presencia de éstos.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método para la determinación de fenoles totales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método esta basado en la destilación de los fenoles y la subsecuente reacción de estos con 4-aminoantipirina a un pH de 10 ± 0.1 en presencia de ferricianuro de potasio, formando compuestos de un color amarillo intenso a rojo, los cuales son extraídos de la disolución acuosa con cloroformo midiendo su absorbancia a una longitud de onda de 460 nm o bien leer directamente el complejo formado a 510 nm.

Este método cubre intervalos de concentración de 0,001mg/L a 0,250 mg/L y 0,5 mg/L.

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.

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 realizará 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 llevó 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

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.

3.9 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 fórmula:

$$C_{(mg/m)} = \frac{Ax}{Cx}$$

En donde x_i es el resultado de la i-ésima medición y $\bar{x}$ 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 instrumento

Concentración mínima del analito en una muestra y que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas.

3.14 Límite de detección del instrumento

Concentración mínima del analito en una muestra y que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.

3.15 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.

3.16 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.

3.17 Material de referencia

Material o substancia en el cual uno o mas 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.

3.18 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.

3.19 Medición

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

3.20 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

3.21 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 deberá ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.

3.22 Muestra simple

La que se tome 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.

3.23 Parámetro

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

3.24 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.

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 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.

3.29 Patrón de trabajo

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

3.30 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.

3.31 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.

3.32 Verificación de la calibración

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

4 EQUIPO Y MATERIALES

4.1 Equipo

4.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

4.1.2 Equipo de destilación. Debe ser completamente de vidrio de borosilicato, y constar de un matraz para destilación de 1 L con un condensador tipo Graham o equivalente.

4.1.3 Potenciómetro de laboratorio con sus respectivos electrodos para medición de pH.

4.1.4 Espectrofotómetro disponible para utilizarse de 190 a 900 nm equipado con celdas de 1 cm de paso óptico de luz.

4.2 Materiales

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

4.2.1 Papel filtro. Usar un papel filtro cualitativo y Sulfato de Sodio anhidro para los extractos de Cloroformo filtrables.

4.2.2 Embudos de separación. Deben ser de 1 L, tipo Squibb, con llaves de cierre de TPF.

5 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.

En el caso de la preparación de estándares en que se use fenol el agua debe estar previamente hervida y enfriada a temperatura ambiente.

5.1 Fenol (C_6H_60)

5.2 Bromato de potasio ($KBrO_3$)

5.3 Bromuro de potasio (KBr)

5.4 Ácido clorhídrico concentrado (HCl)

5.5 Cloruro de amonio (NH_4Cl).

5.6 Sulfato de cobre pentahidratado ($CuSO_4.5H_2O$)

5.7 4-aminoantipirina

5.8 Ferricianuro de potasio [$K_3Fe(CN)_6$]

5.9 Cloroformo ($CHCl_3$)

5.10 Tiosulfato de sodio pentahidratado ($Na_2S_2O_3•5H_2O$)

5.11 Hidróxido de sodio (NaOH)

5.12 Biyodato de potasio [$KH(IO_3)_2$]

5.13 Almidón soluble

5.14 Sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4)

5.15 Yoduro de potasio (KI)

5.16 Ácido fosfórico (H_3PO_4)

5.17 Naranja de metilo

5.18 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

5.19 Cloruro de sodio (NaCl)

5.20 Ácido salicílico ($C_8H_8O_2$)

5.21 Amoniaco concentrado NH_3

5.22 Disolución patrón de fenol (1g/L). Pesar aproximadamente y con precisión 1,00 g de fenol (ver inciso 5.1) y diluir con agua a 1 L. Valorar como se indica en los incisos 5.22.1 y 5.22.2. Esta disolución es tóxica, manipular con extremo cuidado. Pesar el fenol en un pesafiltro como sigue: pesar el pesafiltro con tapa en la balanza analítica sacar con cuidado el pesafiltro abrir y depositar la cantidad de fenol necesaria para lograr el peso deseado, tapar de nuevo el pesafiltro y pesar de nuevo.

5.22.1 Añadir 50,0 mL de la disolución patrón de fenol (ver inciso 5.22) y 10,0 mL de la disolución de bromato-bromuro (ver inciso 5.25) a 100 mL de agua en un matraz cónico de tapón de cristal de 500 mL. Inmediatamente añadir 5,0 mL de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 5.4) y agitar suavemente. Si el color marrón del bromo libre no persiste, agregar porciones de 10,0 mL de disolución de bromato-bromuro hasta que lo haga. Tapar el matraz y dejar reposar en obscuridad durante 10 min; posteriormente añadir aproximadamente y con precisión 1 g de yoduro de potasio (ver inciso 5.15). Valorar con disolución de tiosulfato de sodio (ver inciso 5.26), agregando como indicador la disolución de Almidón (ver inciso 5.27). Suelen requerirse cuatro porciones de 10 mL de disolución bromato-bromuro si la disolución patrón de fenol contiene 1,0 g de Fenol por litro.

5.22.2 Preparar un blanco exactamente de la misma manera, utilizar agua y 10,0 mL de disolución de bromato-bromuro (ver inciso 5.25). Valorar el blanco con disolución de tiosulfato de sodio 0,025M (ver inciso 5.26), utilizar como indicador la disolución de almidón (ver inciso 5.27).

Utilizar la siguiente ecuación para el cálculo de la valoración de la disolución patrón de fenol

$$\textbf{mg/L de fenol} = 7{,}842\,[(A \times B) - C]$$

donde:

A son los mL de la disolución de tiosulfato de sodio usado para el blanco;
B son los mL de la disolución de bromato-bromuro utilizada por la muestra dividida entre 10, y
C son los mL de la disolución de tiosulfato de sodio usado para la muestra.

5.23 Disolución intermedia de fenol (10 µg/mL ó mg/ L). Diluir 10,0 mL de la disolución patrón de fenol (ver inciso 5.22) en agua hasta 1 L; 1,0 mL contiene aproximadamente 10,0 µg de Fenol. Preparar diariamente.

5.24 Disolución de trabajo de fenol (1 µg/mL). Diluir 50,0 mL de disolución intermedia de fenol (ver inciso 5.23) hasta 500 mL con agua reactivo; 1,0 mL contiene aproximadamente 1,0 µg de fenol. Preparar 2 h antes de su uso.

5.25 Disolución de bromato-bromuro. Pesar aproximadamente y con precisión 2,784 g de bromato de potasio (ver inciso 5.2) y diluir en agua, añadir 10 g de bromuro de potasio (ver inciso 5.3), diluir a 1 L.

5.26 Disolución valorante de tiosulfato de sodio (0,025M). Pesar aproximadamente y con precisión 6,205 g de tiosulfato de sodio pentahidratado (ver inciso 5.10) en agua. Añadir 0,4 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.11) y diluir a 1 L. Valorar con disolución de biyodato de potasio (ver inciso 5.26.1). P

5.26.1 Disolución estándar de biyodato de potasio (0,002 1 M). Pesar aproximadamente y con precisión 812,4 mg de biyodato de potasio (ver inciso 5.12) y aforar a 1 L de agua.

5.26.2 Valoración. Pesar aproximadamente y con precisión 2,0 g de yoduro de potasio (ver inciso 5.15), libre de yodato y disolver en un matraz Erlenmeyer con 150 mL de agua. Agregar 1,0 mL de una disolución de ácido sulfúrico 6N (ver inciso 5.32) o unas gotas de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.18) y 20,0 mL de la disolución estándar de biyodato (ver inciso 5.26.1). Diluir a 200 mL y valorar el yodo liberado con la disolución de tiosulfato (ver inciso 5.26), agregando como indicador la disolución de almidón (ver inciso 5.27) hacia el final de la titulación, hasta alcanzar un color paja pálido, continuar con la valoración hasta desaparecer el color azul. Cuando las disoluciones son de igual concentración, se requieren de 20,0 mL de la disolución de tiosulfato de sodio (0,025M).

5.27 Disolución indicadora de almidón (2 % P/V). Pesar aproximadamente y con precisión 2,0 g de almidón soluble (ver inciso 5.13) y 0,2 g de ácido salicílico (ver inciso 5.20), como conservador, y disolver en 100 mL de agua caliente.

5.28 Disolución de cloruro de amonio. Pesar aproximadamente y con precisión 50 g de cloruro de amonio (ver inciso 5.5), disolver y diluir a 1 L.

5.29 Disolución de 4-aminoantipirina (2% P/V). Pesar aproximadamente y con precisión 2,0 g de 4-aminoantipirina (ver inciso 5.7) y disolver en 100 mL de agua. Preparar diariamente.

5.30 Disolución de ferricianuro de potasio (8 % P/V). Pesar aproximadamente y con precisión 8,0 g de ferricianuro de potasio (ver inciso 5.8) y disolver en 100 mL de agua. Filtrar si es necesario. Almacenar en un frasco de vidrio ámbar. Preparar cada semana.

5.31 Disolución de ácido fosfórico (1:10). Diluir 10,0 mL de ácido fosfórico (ver inciso 5.16) en 100 mL de agua .

5.32 Disolución de ácido sulfúrico (aproximadamente 6N). Diluir aproximadamente 167,27 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.18) en 1 L de agua.

5.33 Disolución de hidróxido de sodio (2,5N). Pesar aproximadamente y con precisión 10 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.11) y disolver en 100 mL de agua .

5.34 Disolución de ácido sulfúrico (aproximadamente 1N). Diluir aproximadamente 27,9 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.18) en 1 L de agua.

5.35 Disolución de cobre. Pesar aproximadamente y con precisión 100 g de sulfato de cobre pentahidratado (ver inciso 5.6) y disolver en 1 L de agua.

5.36 Indicador de naranja de metilo. Pesar aproximadamente y con precisión 0,5 g de naranja de metilo (ver inciso 5.17) y disolver en 1 L de agua.

5.37 Disolución de amoniaco 0,5 N. Diluir 35 mL de amoniaco concentrado (ver inciso 5.21) en 1 L de agua.

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

6.1 Debe tomarse un mínimo de 2 L de muestra en un envase de vidrio o polietileno. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

6.2 Si las muestras no se analizan en un período de 4 h después de la toma, acidificar la muestra con 2 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.18) por L de muestra y 5 mL de la disolución de Cobre (ver inciso 5.35).

6.3 Determinar la presencia de agentes oxidantes. En caso de existir su presencia, eliminarlos mediante la adición de sulfato ferroso ($FeSO_4$) o arsenito de sodio ($NaAs_2O_3$) en exceso.

6.4 Mantener en refrigeración a 4ºC hasta su análisis.

6.5 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 ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó 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 la calibración de los equipos y materiales siguientes:

8.1 Material volumétrico

8.2 Balanza analítica.

8.3 Espectrofotómetro. Calibrar el equipo de acuerdo a las instrucciones específicas del fabricante.

8.4 Curva de calibración. Preparar un blanco de reactivos de 500 mL de agua y cuatro diluciones de Fenol de 500 mL entre 5 y 50 µg de Fenol.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Destilación

9.1.1 Tomar una alícuota de 500 mL de la muestra, ajustar el pH a un valor aproximado de 4 con la disolución de ácido fosfórico (ver inciso 5.31) utilizando para ello el indicador de naranja de metilo o el potenciómetro y colocar en el aparato de destilación. Omitir la etapa de adición de ácido fosfórico y ajustar el pH a 4 con hidróxido de sodio 2,5N (ver inciso 5.33), si la muestra se conservó como se describe en la ver inciso 7.2.

9.1.2 Destilar 450 mL, detener la destilación y cuando la muestra deje de hervir, adicionar 50 mL de agua caliente al matraz de destilación. Continuar destilando hasta recoger un total de 500 mL de destilado.

9.1.3 Una destilación debe ser suficiente para purificar la muestra de una forma adecuada. Sin embargo, en ocasiones el destilado es turbio. Si esto sucede, acidificar con disolución de ácido fosfórico (ver inciso 5.31) y destilar de nuevo según las especificaciones de la ver inciso 9.1.2. Si el segundo destilado sigue siendo turbio, utilizar el proceso de extracción que se describe a continuación:

9.1.4 Extraer una fracción de 500 mL de la muestra original como sigue: Añadir 4 gotas de indicador naranja de metilo (ver inciso 5.36) y llevar éste a su forma ácida por medio de una disolución de ácido sulfúrico aproximadamente 1N (ver inciso 5.34). Pasar a un embudo de separación de 1 L y añadir 150 g de cloruro de sodio (ver inciso 5.19). Agitar con cinco fracciones sucesivas de cloroformo (ver inciso 5.9), empleando 40 mL en la primera y 25 mL en las sucesivas. Pasar la fase de Cloroformo a un segundo embudo de separación y agitar con tres fracciones sucesivas de hidróxido de sodio 2,5 N (ver inciso 5.33), utilizando 4,0 mL en la primera y 3,0 mL en cada una de las siguientes. Combinar los extractos alcalinos, calentar en baño maría hasta que el cloroformo haya sido evaporado, enfriar y diluir hasta 500 mL con agua. Proceder con la destilación como se ha descrito en las secciones 9.1.2 y 9.1.3.

9.1.5 Colocar 500 mL de destilado o una porción adecuada que no contenga más de 50 μg de fenol, y diluir hasta 500 mL.

9.2 Método extracción con cloroformo

9.2.1 Tratar la muestra, el blanco de reactivos y los estándares como sigue: Añadir 10,0 mL de disolución de cloruro de amonio (ver inciso 5.28) y ajustar inmediatamente el pH a 10 ± 0,2 con disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 5.33). Transferir a un embudo de separación de 1 L, añadir 3,0 mL de disolución de 4-aminoantipirina (ver inciso 5.29), mezclar bien, posteriormente agregar 3,0 mL de disolución de ferricianuro de potasio (ver inciso 5.30), mezclar perfectamente y dejar que se desarrolle el color durante 15 min. La disolución debe tener un color amarillo claro.

9.2.2 Extraer inmediatamente con cloroformo (ver inciso 5.9) utilizando 20 mL de éste, para las celdas con paso óptico de luz de 1 a 5 cm, y 40 mL para una celda de paso óptico de luz de 10 cm. Agitar el embudo de separación al menos 10 veces y dejar que el cloroformo se ubique nuevamente en el fondo del embudo, filtrar el extracto de cloroformo a través de un papel filtro y embudo de filtración de vidrio que contenga una capa de 5 g de sulfato de sodio anhidro (ver inciso 5.14) a un matraz aforado de 25 mL. Aforar el matraz con cloroformo (no hay que lavar los papeles filtro ni los embudos con cloroformo). Es posible usar diclorometano en lugar de cloroformo especialmente si se forma una emulsión cuando la disolución de cloroformo es extraída con hidróxido de sodio (ver inciso 9.1.4).

9.2.3 Medir la absorbancia a 460 nm de las disoluciones, muestras y blancos, realizar la gráfica de absorbancia vs μg de fenol en 500 ml.

9.3 Método directo espectrofotométrico

9.3.1 Dividir la muestra en dos porciones iguales y realizar el análisis por triplicado para cada porción. Para muestras con concentraciones de Fenoles mayores a 0,5 mg/L, seguir las siguientes instrucciones:

9.3.2 Tomar 100 mL de destilado o una alícuota adecuada que no contenga más de 0,5 mg de fenol, y diluir a 100 mL. Preparar un blanco de agua de 100 mL también y una serie de estándares de fenol de 100 mL que contengan 0, 100, 200, 300, 400 y 500 μg de fenol.

9.3.3 Tratar las muestras, blanco y estándares como sigue: Añadir 2,5 mL de la disolución de amoniaco 0,5N (ver inciso 5.37). Adicionar 1,0 mL de la

disolución de 4-aminoantipirina (ver inciso 5.29), mezclar bien y añadir 1,0 mL de la disolución de ferricianuro de potasio (ver inciso 5.30) y mezclar.

9.3.4 Después de 15 min transferir a la celda y leer la absorbancia de las muestras, estándares y blanco a 510 nm, y realizar la curva de calibración.

9.3.5 Hacer una gráfica con los valores de la curva de calibración.

9.3.6 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 son los µg fenol.

10 CÁLCULOS

10.1 Para calcular la concentración de fenoles utilizar la siguiente ecuación:

Ecuación 1

$$mg\ fenol/mL = (A / B)$$

donde:

A son los µg de fenol en la muestra determinado de la curva de calibración, y
B son los mL de la muestra original.

10.2 Reportar los resultados en mg/L de fenol, con la precisión correspondiente.

11 INTERFERENCIAS

11.1 Las bacterias que descomponen los fenoles, son una fuente importante de interferencias, las cuales se eliminan al preservar adecuadamente las muestras.

11.2 Para la mayoría de las muestras se requiere una destilación preliminar, para remover las interferencias. Algunas aguas residuales altamente contaminadas pueden requerir técnicas especializadas para eliminar interferencias y para la recuperación cuantitativa de los compuestos fenólicos.

11.3 Agentes oxidantes: Los agentes oxidantes tales como el cloro, deben removerse inmediatamente después del muestreo mediante la adición de sulfato ferroso o arsenito de sodio en exceso. Si los agentes oxidantes no son removidos, los compuestos fenólicos podrían oxidarse parcialmente. Un exceso de sulfato ferroso o arsenito de sodio, no interfiere ya que estos son removidos por el procedimiento de destilación.

11.4 Los sulfuros son eliminados por acidificación de la muestra con ácido sulfúrico a un pH menor de 4 y una breve aireación por medio de agitación, los compuestos que se eliminan con esta acidificación son el ácido sulfhídrico (H_2S) y el bióxido de azufre (SO_2).

11.5 La presencia de aceites y alquitrán pueden ser eliminados por una extracción alcalina ajustando el pH entre 12 y 12,5 con hidróxido de sodio. Extraer los aceites y el alquitrán de la solución acuosa con 50 mL de cloroformo ($CHCl_3$). Remover el exceso de cloroformo de la fase acuosa, calentando en un baño maría antes de proceder con la etapa de destilación.

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 normas de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las medidas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las substancias químicas especificadas en éste método. Debe tenerse en un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

12.3 Los ácidos y bases concentradas empleados en este método pueden causar severas quemaduras e irritaciones en la piel, por lo que debe

utilizarse ropa protectora tal como: Batas, guantes y lentes de seguridad cuando se manejan otras sustancias químicas.

12.4 Cuando se use el equipo de destilación, deben emplearse guantes aislantes de calor para evitar quemaduras durante el manejo del material caliente.

12.5 El Fenol es una sustancia tóxica, manipular con extremo cuidado.

12.6 El laboratorio debe contar con una buena ventilación.

12.7 El cloroformo ($CHCl_3$) es tóxico y se sospecha que puede ser un carcinogénico, evitar su ingestión, inhalación o adsorción a través de la piel. Cuando se utilice Cloroformo hacerlo dentro de una campana de extracción de manera que los vapores de Cloroformo producidos durante el análisis se dispersen, además de emplear una mascarilla con filtros especiales para compuestos orgánicos.

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 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 que contengan fenoles y los disolventes clorados deben envasarse en recipientes herméticos, 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 descargarse 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.
NMX-AA-115-SCFI-2001	Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.
NMX-AA-116-SCFI-2001	Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

D 1783 “Standard Test Methods for Phenolic Compounds in Water”, American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, Diciembre de 1991, pp 129-135.

5530 C “Chloroform Extraction Method”, American Public Health Association, “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”, USA, APHA, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp. 5-36 - 5-38.

Method 9065 “Phenolics (Spectrophotometric, Manual 4-AAP with Distillation)”, Enviromental Protection Agency, “Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes”, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, 1986, 1-7 pp.

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

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

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
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

MIGUEL AGUILAR ROMO

JADS/AFO/DLR/MRG

NMX-AA-050-SCFI-2001

ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE FENOLES TOTALES EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-050-1981)

WATER ANALISIS - DETERMINATION OF TOTAL PHENOLS IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

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

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA

- 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

- 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

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

Número del capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Principio del método	2
3	Definiciones	2
4	Equipo y materiales	7
5	Reactivos y patrones	8
6	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	12
7	Control de calidad	12
8	Calibración	13
9	Procedimiento	13
10	Cálculos	15
11	Interferencias	16
12	Seguridad	17
13	Manejo de residuos	17
14	Bibliografía	18
15	Concordancia con normas internacionales	19