

Nota: Esta Norma fue modificada de Norma Oficial Mexicana a Norma Mexicana, de acuerdo al Decreto publicado en el Diario Oficial de la Federación de fecha 6 de Noviembre de 1992.

## **NORMA MEXICANA NMX-AA-53-1981,**

### **"ANALISIS DE AGUAS DETERMINACION DE MATERIA EXTRACTABLE CON CLOROFORMO"**

#### **PREFACIO**

En la elaboración de esta Norma participaron los siguientes organismos e instituciones:

- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA
  - Subsecretaría de Mejoramiento del Ambiente.
  - Dirección de Saneamiento del Agua.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
  - Centro de Investigación y Entrenamiento para Controlar la Calidad del Agua.
- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD.
  - Laboratorio.
- FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A. DE C.V.
  - Subgerencia de Investigación.
- LABORATORIOS NACIONALES DE FOMENTO INDUSTRIAL.
  - Departamento de Contaminación.

#### **NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-AA-53-1981, "ANALISIS DE AGUAS DETERMINACION DE MATERIA EXTRACTABLE CON CLOROFORMO".**

#### **1.- OBJETIVO.**

Esta Norma establece el método gravimétrico para la determinación de materia orgánica susceptible de ser extraída con cloroformo.

#### **2.- CAMPO DE APLICACION.**

Este método es aplicable en aguas residuales y naturales (superficiales y marinas).

#### **3.- PRINCIPIO.**

El método se basa en la solubilidad diferencial que presentan algunos compuestos orgánicos presentes en el agua hacia un disolvente polar, como es el caso del cloroformo. Esto se pone en íntimo contacto con la muestra para extraer la materia orgánica, la cual es cuantificable gravimétricamente.

#### **4.- REFERENCIAS.**

Esta Norma se complementa con las Normas Mexicanas en vigor siguientes:

NMX-AA-3 "Aguas residuales.- Muestreo".

NMX-AA-14 "Cuerpos receptores.- Muestreo".

NMX-BB-14 "Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorio".

NOM-Z-1 "Sistema general de unidades.- Sistema (SI) de unidades".

## 5.- DEFINICIONES.

Extractables con cloroformo: fracción orgánica soluble en cloroformo que comprende aceites pesados, grasas, trazas de fenoles, polímeros naturales y sintéticos, resinas (alfaltenos y carbenos) y productos de descomposición del tanino (ácido tánico).

## 6.- REACTIVOS.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, cuando se hable de agua se debe entender agua destilada y/o desionizada.

6.1 Cloroformo ( $\text{CHCl}_3$ ).

6.2 Acido Clorhídrico (HCl) 1:1.

## 7.- APARATOS.

7.1 Embudo de separación de  $1,000 \text{ cm}^3$  . provisto de válvulas de teflón.

7.2 Papel filtro Whatman No. 1.

7.3 Parrilla eléctrica con control de temperatura.

7.4 Balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg.

7.5 Estufa.

7.6 Material común de laboratorio.

## 8.- REPARACION Y CONSERVACION DE LA MUESTRA.

8.1 Las muestras deben colectarse en recipientes de vidrio y pueden conservarse hasta por 24 horas, manteniéndose en refrigeración a  $277\text{K}$  ( $4^\circ\text{C}$ )

## 9.- PROCEDIMIENTO.

9.1 Tomar  $800 \text{ cm}^3$  de la muestra y transferir a un embudo de separación de  $1,000 \text{ cm}^3$ . (Ver apéndice 121).

9.2 Agregar HCl 1:1, hasta tener pH en un ámbito de 3 a 4.

9.3 Adicionar  $40 \text{ cm}^3$  de cloroformo y tapar el embudo perfectamente. Agitar vigorosamente durante 5 minutos, destapando periódicamente el embudo para aliviar la presión interna.

9.4 Dejar reposar el tiempo necesario para la separación de las fases. (Ver apéndice 12.2).

9.5 Drenar la fase orgánica a un embudo de tallo corto, sobre el cual se coloca el papel filtro.

9.6 Recibir el filtrado en un vaso de precipitados de  $200 \text{ cm}^3$  , previamente puesto a masa constante.

9.7 Agregar otros  $20 \text{ cm}^3$  . de cloroformo al embudo de separación y repetir los pasos descritos de 9.3. a 9.6.

9.8 Lavar el papel filtro con dos porciones de cloroformo de  $10 \text{ cm}^3$  . cada una, colectándolas con los extractos filtrados.

9.9 En una parrilla eléctrica evaporar paulatinamente el extracto a 313K (40°C) 333K (60°C), hasta tener un volumen de 5 a 10 cm<sup>3</sup>.

9.10 Secar el extracto en una estufa a 378K ± 2K 105°C ± 2°C), durante una hora.

9.11 Enfriar en un secador durante 20 minutos y determinar la masa.

#### 10.- PRUEBA TESTIGO.

Medir 80 cm<sup>3</sup>. de cloroformo, transferir a un vaso de precipitados de 200 cm<sup>3</sup>. previamente secada y puesto a masa constante, y proceder como se describe de 9.9 a 9.11 con el objeto de determinar su residuo.

#### 11.- CALCULOS.

La concentración de materia extractable con cloroformo se calcula con la siguiente fórmula:

$$A = \frac{B - C}{V} \times 1000$$

en donde:

A = Materia extractable con cloroformo, en mg/dm<sup>3</sup>.

B = Diferencia de masa del recipiente con el residuo de la muestra, menos el recipiente vacío, en mg.

C = Diferencia de masa del recipiente con el residuo del testigo, menos el recipiente vacío, en mg.

V = Volumen de la muestra, en cm<sup>3</sup>.

#### 12.- APENDICE.

12.1 En caso de muestras que presenten bajo contenido de extractables con el cloroformo, se recomienda tomar el doble de la muestra y de los reactivos o en su defecto, repetir el procedimiento con volúmenes de 800 cm<sup>3</sup>, tantas veces como sea necesario acumulando los extractos para obtener una determinación gravimétrica confiable.

12.2 Si se forman emulsiones más o menos estables que impidan la correcta separación de las fases, se pueden eliminar introduciendo por la parte superior del embudo, una varilla de vidrio provista de un "gendarme" y agitando cuidadosamente.

#### 13.- BIBLIOGRAFIA.

13.1 Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials. Part 23, Water Philadelphia Pa., 1972, 1990.

13.2 Rodier J. Analysis of Water, Ist. Edition, John Wiley and Sons. New York. N. Y. 1975. 325-326.

#### 14.- CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.

No concuerda con ninguna Norma Internacional por no existir sobre el tema.