

Nota: Esta Norma cancela a la NOM-AA-61-78.

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-64-1981

### "ANALISIS DE AGUA.- DETERMINACION DE MERCURIO.- METODO COLORIMETRICO DE LA DITIZONA".

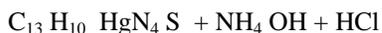
#### 1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el método colorimétrico para determinar mercurio en agua, es aplicable en aguas naturales y residuales, para un límite mínimo de detección de 0.002 mg/l.

#### 2.- PRINCIPIO O FUNDAMENTO

Este método se basa en la reacción del mercurio presente en el agua con la ditizona para dar un complejo de ditizonato mercuríco de color naranja, el cual se extrae con cloroformo, en un medio ácido, cuya intensidad se cuantifica colorimétricamente a una longitud de onda de 490 nm.

Reacción



#### 3.- REFERENCIAS

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

- 3.1 NOM-AA "Método de muestreo en Aguas residuales".
- 3.2 NOM-AA-14 "Método de muestreo en Cuerpos Receptores Superficiales".
- 3.3 NOM-BB-14 "Clasificación y Tamaños Nominales para Utensilios de vidrio usados en el laboratorio".
- 3.4 NOM-Z-1 "Unidades y Magnitudes de Base del Sistema Internacional de Unidades, SI"

#### 4.- REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se especifique otra cosa; cuando se mencione el uso de agua, debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

- 4.1. Acido Sulfúrico ( $\text{H}_2 \text{SO}_4$ ) concentrado.
- 4.2. Sulfato de sodio anhidro ( $\text{NaSO}_4$ ).
- 4.3. Cloroformo ( $\text{CHCL}_4$ )
- 4.4. Solución de permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ). Disolver 5 g de permanganato de potasio en  $100 \text{ cm}^3$  de agua.
- 4.5. Solución de permanganato de potasio ( $\text{K}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$ ).

4.6. Solución de clorhidrato de hidroxilamina ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ). Disolver 50 g de clorhidrato de hidroxilamina en  $100\text{ cm}^3$  de agua.

4.7. Solución de bromuro de potasio (KBr).

Disolver 40 g de bromuro de potasio en  $100\text{ cm}^3$  de agua.

4.8. Solución de ditizona, ( $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$ ).

Disolver 6 mg de ditizona en  $1000\text{ cm}^3$  de cloroformo.

4.9. Solución amortiguadora (Buffer) de fosfato-carbonato.

Disolver 150 g de fosfato ácido disódico dodecahidratado ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) y 38 g de carbonato de potasio anhidro en  $1000\text{ cm}^3$  de agua. Hacer extracciones en porciones de  $10\text{ cm}^3$  de ditizona hasta que la última porción permanezca de color azul. Lavar con cloroformo para remover el exceso de ditizona.

4.10. Solución de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0.25 N. Medir  $7\text{ cm}^3$  de ácido sulfúrico al 90% y aforar a  $1000\text{ cm}^3$  con agua.

4.11. Solución patrón de mercurio.

4.11.1. Solución patrón de mercurio concentrada.

Disolver 135.4 mg de cloruro mercuríco ( $\text{HgCl}_2$ ) en aproximadamente  $700\text{ cm}^3$  de agua, añadir  $1.5\text{ cm}^3$  de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), concentrado y llevar a  $1000\text{ cm}^3$  con agua;  $1.00\text{ cm}^3$  de esta solución equivale a 100  $\mu\text{g}$  de Hg.

4.11.2. Solución patrón de mercurio diluida.

Medir  $10\text{ cm}^3$  de la solución 4.11.1 y aforar a  $1000\text{ cm}^3$  con agua;  $1.00\text{ cm}^3$  de esta solución equivale a 1  $\mu\text{g}$  de Hg.

NOTA: Preparar esta Solución cada vez que se vaya a usar.

## 5.- MATERIAL Y EQUIPO

5.1. Material común de laboratorio (ver 3.3)

5.2. Equipo colorimétrico, se necesita uno de los siguientes:

5.2.1. Espectrofotómetro para usarse a una longitud de onda de 490 nm provisto de un paso de luz de 1 cm, con sus celdas correspondientes.

5.2.2. Fotómetro de filtro provisto de un paso de luz de 1 cm o mayor equipado con un filtro para 490 nm y sus celdas correspondientes.

## 6.- MUESTREO Y CONSERVACION DE MUESTRAS.

6.1. La muestra debe tomarse en frasco de plástico.

6.2. Si el análisis no se efectúa inmediatamente la muestra puede conservarse hasta por seis meses, mediante la adición de  $1.5\text{ cm}^3$  de ácido nítrico concentrado por litro de muestra (ver 10.1).

## 7.- INTERFERENCIAS

El cobre, oro, paladio, platino divalente y plata reaccionan con la ditizona en solución ácida. El cobre es separado durante el procedimiento permaneciendo en la fase orgánica, mientras que el mercurio es transferido a la fase acuosa. Los otros interferentes normalmente no se presentan.

La determinación se debe llevar a cabo rápidamente, debido a que el ditizonato mercúrico es fotosensible.

## 8.- PROCEDIMIENTO

### 8.1. Preparación de la curva de calibración.

8.1.1 Colocar en una serie de vasos de precipitados, los volúmenes de solución patrón de mercurio (4.11.2), indicados en la tabla 1. Agregar a cada vaso de precipitados 500 cm<sup>3</sup> de agua y continuar como en 8.3.2.

8.1.2. Elaborar una gráfica colocando como abscisas los ug de Hg y como ordenadas las lecturas.

### 8.2. Prueba testigo.

Preparar un testigo con 500 cm<sup>3</sup> de agua y proceder como se indica en 8.3.2.

### 8.3. Determinación.

8.3.1. Tomar una alícuota de 500 cm<sup>3</sup> de la muestra de análisis.

8.3.2. Transferir la alícuota a un vaso de precipitados, agregar 1 cm<sup>3</sup> de solución de permanganato de potasio y 10 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico concentrado. Agitar y llevar a ebullición. Si es necesario, agregar más solución de permanganato de potasio, hasta que persista un color rosa. (ver 10.2).

**TABLA No. 1**  
**VOLUMENES PARA LA CURVA**  
**DE CALIBRACION**

Solución patrón diluída de mercurio de 1 ug Hg/cm <sup>3</sup> (mg)	Contenido de mercurio (cm <sup>3</sup> )
0.0	0.0000
2.0	0.0020
4.0	0.0040
6.0	0.0060
8.0	0.0080
10.0	0.0100

8.3.3. Añadir con cuidado 5 cm<sup>3</sup> de solución de persulfato de potasio y dejar enfriar durante 30 minutos. Agregar una o más gotas de solución de clorhidrato de hidroxilamina hasta eliminar el color rosa.

8.3.4. Cuando se haya enfriado, transferir la solución a un embudo de separación de 1 litro y agregar 25 cm<sup>3</sup> de solución de ditizona. Agitar el embudo vigorosamente y transferir la capa orgánica a un embudo de

separación de 250 cm<sup>3</sup>. Repetir esta extracción por lo menos 3 veces, hasta que la coloración en la capa de ditizona sea de un azul intenso como el de la solución original de ditizona.

8.3.5. Lavar los extractos acumulados de ditizona en el embudo de separación de 250 cm<sup>3</sup>, con 50 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico 0.25 N y agitar. Transferir la fase orgánica a otro embudo de separación de 250 cm<sup>3</sup>.

8.3.6. Agregar 50 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico 0.25 N y 10 cm<sup>3</sup> de solución de bromuro de potasio. Agitar vigorosamente para transferir el ditizonato mercuríco de la capa orgánica a la acuosa y desechar la capa inferior de ditizona.

8.3.7. Lavar la capa acuosa con un volumen pequeño de cloroformo y desechar la fase inferior. Agregar 20 cm<sup>3</sup> de solución "buffer" y 10 cm<sup>3</sup> de solución de ditizona. Agitar fuertemente y después de la separación de las fases transferir la fase orgánica que contiene el ditizonato mercuríco a un vaso de precipitados.

8.3.8. Agregar a la fase orgánica de 1 a 2 g de sulfato de sodio anhidro y decantar en la celda de 1 cm de paso de luz. (ver 10.3). Medir la absorbancia a 490 nm, ajustado el espectrofotómetro o el fotocolorímetro a cero de lectura con el testigo (8.2).

## 9.-CALCULOS

La concentración de mercurio se calcula por la siguiente fórmula:

$$\text{mg Hg/l} = \frac{m}{V}$$

en donde:

m = masa leída en la curva de calibración, en microgramos de Hg.

V = volumen de la alícuota, en cm<sup>3</sup>.

## 10.- APENDICE

10.1. Las muestras que contienen 1.5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico concentrado por litro, normalmente no afectan a la ditizona; sin embargo, concentraciones mayores de ácido nítrico oxidan a la ditizona.

10.2. Filtrar, si es necesario, la muestra a través de la lana de vidrio después del paso de oxidación.

10.3. La adición de sulfato de sodio anhidro es con el fin de eliminar humedad, pues ésta enturbia la solución problema.

## 11.- BIBLIOGRAFIA

11.1. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 14 th Edition, American Public Health Association. Washington, D.C. 1975. 229-231.

11.2. Sandell E.B. Colorimetric Determination of Traces of Metals. Chemical Analysis 3 th. Edition. Vol. 3 John Wiley and Sons INC. New York. N.Y. 1969. 621-639.

## 12.- CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta Norma no concuerda con ninguna norma internacional por no existir sobre el tema.