

Nota: Esta Norma cancela a la NOM-AA-65-1979

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-65-1981

ANALISIS DE AGUA - DETERMINACION DE SELENIO - METODO COLORIMETRICO

PREFACIO

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

- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.
Subsecretaría de Mejoramiento del Ambiente.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
Centro de Investigación y Entrenamiento para Controlar la Calidad del Agua.
- CONFEDERACION DE CAMARAS INDUSTRIALES DE LOS ESTADOS UNIDOS MEXICANOS.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA TEXTIL.
- INSTITUTO MEXICANO DEL SEGURO SOCIAL.
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO.
- UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA.
- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL.

NORMA MEXICANA NMX-AA-65-1981, ANALISIS DE AGUA - DETERMINACION DE SELENIO - METODO COLORIMETRICO

1.- OBJETIVO.

Esta Norma establece el método colorimétrico para determinar selenio en agua.

2.- CAMPO DE APLICACION.

Este método es aplicable en aguas naturales y residuales, para un límite mínimo de detección de $1 \text{ ug/l} = 0.001 \text{ mg/l}$.

3.- PRINCIPIO O FUNDAMENTO.

El método se basa en la reacción del selenio y/o sus compuestos orgánicos e inorgánicos en un medio ácido, con la 3,3' diaminobencidina, para formar un complejo de difenil dipiazselenol, de color amarillo, el cual se extrae con un solvente no polar a un pH de 6 a 7, cuya intensidad se cuantifica espectrofotométricamente a 420 nm.

4.- REFERENCIAS.

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

4.1 NMX-AA-3 "Método de muestreo en aguas residuales".

4.2 NMX-AA-14 "Método de muestreo en cuerpos receptores superficiales".

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

4.4 NMX-Z-1 "Unidades y magnitudes de base del sistema internacional. "SI".

5.- REACTIVOS.

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

5.1 Acido clorhídrico (HCl) concentrado.

5.2 Acido clorhídrico (HCl), 0.1 N.

5.3 Hidróxido de sodio (NaOH), 0.1 N.

5.4 Tolueno (C_6H_6).

5.5 Sulfato de sodio (Na_2SO_4), anhídrido. Se requiere cuando no se dispone de centrífuga.

5.6 Solución patrón concentrada de selenio.

5.6.1 Pesar una granalla de selenio grado analítico con aproximación de 0.1 mg, colocarla en un vaso de precipitados y disolverla con 5 cm³ de ácido nítrico concentrado.

5.6.2 Calentar hasta disolución total y posteriormente evaporar a sequedad.

5.6.3 Diluir con agua y aforar a un litro.

5.7 Solución patrón diluida de selenio.

Medir un volumen adecuado de la solución patrón concentrada y diluir con agua para que 1 cm³ de esta solución sea equivalente a 1 ug de selenio.

5.8 Solución indicadora de anaranjado de metilo.

5.9 Solución de cloruro de calcio.

Disolver 30 g de cloruro de calcio ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) en agua y diluir a un litro.

5.10 Solución de permanganato de potasio, 0.1 N.

Disolver 3.2 g de permanganato de potasio ($KMnO_4$) en agua y aforar a un litro.

5.11 Solución de hidróxido de sodio. 0.1 N.

Disolver 1.0 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 250 cm³ de agua.

5.12 Solución de cloruro de amonio.

Disolver 250 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) en un litro de agua.

5.13 Solución de sulfato de EDTA.

5.13.1 Disolver 100 g de la sal disódica del etiléndiamino tetraacético dihidratado, y 200 g de sulfato de sodio en agua y aforar a un litro.

5.13.2 Añadir gota a gota hidróxido de amonio concentrado, agitando vigorosamente hasta tener una completa disolución.

5.14 Solución de hidróxido de amonio, 5 N.

Diluir 330 cm³ de hidróxido de amonio concentrado en agua y aforar a un litro.

5.15 Solución de diaminobencidina.

Disolver 100 mg de clorhídrido de 3,3' diaminobencidina (C₁₂H₈(NH₂)₂ · 2HCl) en 10 cm³ de agua.

Esta solución debe prepararse cada vez que se vaya a usar, ya que es muy inestable.

Precaución: Debe tener extremo cuidado en el manejo de este reactivo.

6.- MATERIAL Y EQUIPO.

6.1 Material común de laboratorio (ver 4.3).

6.2 Equipo colorimétrico; se necesita uno de los siguientes:

6.2.1 Espectrofotómetro para usarse a una longitud de onda de 420 nm provisto de un paso de luz de 1 cm y celdas de 1 cm o mayores.

6.2.2 Fotómetro de filtro equipado con filtro violeta para usarse a una longitud de onda máxima cercana a 420 nm.

NOTA: Se recomienda hacer un barrido para determinar la longitud de onda donde se tenga máxima absorbancia.

6.3 Centrífuga para tubos de 12 a 15 cm³

6.4 Medidor de pH.

7.- MUESTREO Y CONSERVACION DE LA MUESTRA.

La muestra se debe coleccionar en frascos de polietileno o de vidrio y preservarse añadiendo ácido nítrico concentrado hasta tener un pH menor de 2, en estas condiciones la muestra puede almacenarse hasta por seis meses.

8.- INTERFERENCIAS.

8.1 Ningún compuesto inorgánico da una interferencia positiva.

Pueden existir compuestos orgánicos coloridos que son extractables con tolueno, pero es poco probable que la interferencia de esta naturaleza resista la oxidación inicial del permanganato.

8.2 Una interferencia negativa resulta de compuestos que oxidan a la diaminobencidina reduciendo su concentración.

8.3 La adición de EDTA elimina la interferencia negativa de cuando menos 2.5 mg de fierro III.

8.4 Los ioduros, y en menor grado los bromuros causan bajos resultados (ver tabla 1).

TABLA 1
RECUPERACION DE SELENIO EN POR CIENTO

ODURO mg	BROMO 0.0 mg	BROMO 1.25 mg	BROMO 2.5 mg
0	100	100	96
0.5	95	94	95
1.25	84	80	-
2.5	75	-	70

9.- PROCEDIMIENTO.

9.1 Preparación de la curva de calibración.

9.1.1 Colocar en una serie de matraces Erlenmeyer de 500 cm³ volúmenes de solución patrón diluida de selenio que contenga 0\10.0, 25.0 y 50.0 ug de selenio.

9.1.2 Diluir con agua hasta un volumen de 250 cm³ añadir 10 gotas de solución indicadora de anaranjado de metilo, 2 cm³ de ácido clorhídrico 0.1 N, 5 cm³ de solución de permanganato de potasio 0.1 N y unas 30 perlas de vidrio.

9.1.3 Llevar a ebullición vigorosa por un lapso de 5 minutos y continuar con el procedimiento de selenio a partir de 9.2.5.

9.2 Determinación de selenio en la muestra.

9.2.1 Tomar un litro de muestra y transferir a un vaso de precipitados de 2 litros de capacidad, añadir 10 gotas de solución indicadora de anaranjado de metilo.

9.2.2 Titular hasta el vire del anaranjado de metilo con solución de ácido clorhídrico 0.1 N y agregar un exceso de 2 cm³.

9.2.3 Agregar 3 gotas de solución de permanganato de potasio, 5 cm³ de la solución de cloruro de calcio y unas 30 perlas de vidrio.

9.2.4 Llevar a ebullición la mezcla y permitir la reducción de su volumen hasta 250 cm³ aproximadamente. Durante la ebullición adicionar, conforme se requiera, solución de permanganato de potasio hasta mantener una coloración púrpura en la solución.

NOTA 2: El precipitado de bióxido de manganeso formado no interfiere.

9.2.5 Transferir cuantitativamente a un matraz Erlenmeyer de 500 cm³ agregar 5 cm³ de hidróxido de sodio 0.1 N a cada matraz y evaporar a sequedad.

NOTA 3: Evitar un calentamiento prolongado.

9.2.6 Reducción a selenito.

9.2.6.1 Enfriar el matraz a temperatura ambiente, y añadir 5 cm³ de ácido clorhídrico concentrado y 10 cm³ de solución de cloruro de amonio.

9.2.6.2 Calentar en baño maría durante 10 ± 0.5 minutos.

9.2.7 Formación de piazselenol.

9.2.7.1 Transferir la solución en caliente y el precipitado de cloruro de amonio, si está presente, a un vaso de precipitados de 250 cm³ y enjuagar el matraz con 5 cm³ de la solución de sulfato de EDTA y 5 cm³ de hidróxido de amonio 5 N.

9.2.7.2 Enfriar la solución a temperatura ambiente y ajustar el pH a 1.5 ± 0.3 con solución de hidróxido de amonio 5 N.

NOTA 4: El precipitado de EDTA no interfiere.

9.2.7.3 Añadir 1 cm³ de la solución de diaminobencidina y calentar en baño maría por un lapso de 5 minutos.

9.2.8 Extracción de piazselenol.

9.2.8.1 Enfriar la solución a temperatura ambiente, y añadir la solución de hidróxido de amonio 5 N para ajustar el pH a 8 ± 1. El precipitado de EDTA se disuelve.

9.2.8.2 Transferir la muestra a una probeta graduada de 50 cm³ y ajustar el volumen a 50 ± 1 cm³ con el agua de los lavados del vaso de precipitados.

9.2.8.3 Transferir el contenido de la probeta a un embudo de separación de 250 cm³ y agregar 10 cm³ de tolueno. Agitar durante 30 ± 5 segundos.

9.2.8.4 Desechar la capa acuosa y transferir la fase orgánica a un tubo de centrífuga de 12 ó 15 cm³ y centrifugar brevemente para separar el tolueno de gotas de agua.

9.2.8.5 Si no se tiene centrífuga, filtrar la fase orgánica a través de papel filtro seco al que previamente se le han añadido aproximadamente 0.1 g de sulfato de sodio anhidro.

9.2.9 Lectura de la absorbancia.

Leer la absorbancia a 420 nm, usando tolueno para establecer la absorbancia cero.

NOTA 5: El color del complejo del piazselenol es muy estable pero la evaporación del tolueno concentra el color en pocas horas.

La Ley de Beer se cumple hasta 50 ug.

NOTA 6: Si se dispone del equipo apropiado se recomienda efectuar esta determinación por absorción atómica.

10.- CALCULOS.

Las concentraciones de selenio se calculan por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{mg/l Se} = \frac{\text{ug de selenio leídos en la curva}}{\text{cm}^3 \text{ de muestra}}$$

11.- BIBLIOGRAFIA.

11.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 14 th Ed. 1979 Pags. 238-240
APHA, AWWA, WPCF. Washington, D.C. 1976.

11.2 Reglamento para la Prevención y Control de la Contaminación de Aguas. México, D.F., 1973.

12. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.

No concuerda con ninguna norma internacional, por no existir sobre el tema.