



NORMA MEXICANA

NMX-AA-074-SCFI-2014

**ANÁLISIS DE AGUA – MEDICIÓN DEL ION SULFATO EN
AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES
TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA - (CANCELADA LA
NMX-AA-074-1981).**

**WATER ANALYSIS – MEASUREMENT OF SULFATE ION IN
NATURAL WATERS, WASTEWATERS AND TREATED
WASTEWATERS – TEST METHOD**



PREFACIO

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.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA
- 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.
- HACH COMPANY
- IDECA, S.A. DE C.V.
- INDEX-LAB
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.
Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental
(CITSA)
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA CAMBIO CLIMÁTICO



- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE SERVICIOS CLÍNICOS Y ANÁLISIS TOXICOLÓGICOS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.
Laboratorio Central de Calidad de Aguas
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA
División de Ciencias Biológicas y de la Salud
Ciencia y Tecnología Ambiental
Dept. Biotecnología
- UNIDAD AZCAPOTZALCO



División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Dept. de Ciencias Básicas
Área de Química

- UNIVERSIDAD DEL NORESTE, A.C.
UNELAB - Centro Multidisciplinario de Servicios Ambientales y de Alimentos
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química
Instituto de Ingeniería



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	PRINCIPIO O FUNDAMENTO	1
3	REFERENCIAS	2
4	DEFINICIONES	2
5	EQUIPOS Y MATERIALES	2
6	REACTIVOS Y PATRONES	3
7	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	4
8	CONTROL DE CALIDAD	4
9	CURVA DE CALIBRACIÓN	5
10	PROCEDIMIENTO	5
11	CÁLCULOS	6
12	INTERFERENCIAS	6
13	VIGENCIA	7
14	BIBLIOGRAFÍA	7
15	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	8



NORMA MEXICANA

NMX-AA-074-SCFI-2014

ANÁLISIS DE AGUA – MEDICIÓN DEL ION SULFATO EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA - (CANCELADA LA NMX-AA-074-1981).

**WATER ANALYSIS – MEASUREMENT OF SULFATE ION IN
NATURAL WATERS, WASTEWATERS AND TREATED
WASTEWATERS – TEST METHOD**

0 INTRODUCCIÓN

Los sulfatos (SO_4^{2-}) están ampliamente distribuidos en la naturaleza y pueden estar presentes en aguas naturales, en concentraciones que varían desde pocos hasta miles de miligramos por litro, los desechos del drenaje de minas pueden contribuir con grandes cantidades de iones sulfatos (SO_4^{2-}) a través de la oxidación de pirita.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es de aplicación nacional y establece el método turbidimétrico para la medición del ión sulfato en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

Este método es aplicable en el intervalo de concentraciones de 1 mg/L a 40 mg/L de SO_4^{2-} .

2 PRINCIPIO O FUNDAMENTO

2.1 El ion sulfato precipita con cloruro de bario, en un medio ácido, formando cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. La

La Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el: 13 de enero de 2014



concentración de masa del ion sulfato se mide por comparación de la lectura con una curva de calibración analítica.

3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma mexicana se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:

- NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1 (Cancela a la NMX-AA-089-1-1986). Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 03 de marzo de 2011.
- NMX-AA-089/2-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 2. (Cancela a la NMX-AA-089/2-1992). Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 29 de agosto de 2013.
- 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.

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana, aplican los términos y definiciones contenidos en las normas mexicanas NMX-AA-089/1-SCFI-2010 y NMX-AA-089/2-SCFI-2010, (véase 3 Referencias).

5 EQUIPOS Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para el presente método.

5.1 Equipo



ESTADOS UNIDOS MEXICANOS
SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 5.1.1** Agitador magnético de velocidad de agitación constante, de tal modo que no ocurran salpicaduras y con magnetos de forma y tamaños idénticos.
 - 5.1.2** Nefelómetro.
 - 5.1.3** Espectrofotómetro, para utilizarse a 420 nm, y equipado con celdas de 1 cm o mayor de paso óptico de luz.
 - 5.1.4** Fotómetro de filtro, equipado con filtro violeta que tenga una transmitancia máxima cercana a 420 nm y que suministre un paso de luz de 4 a 5 cm.
 - 5.1.5** Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
 - 5.1.6** Cronómetro
- 5.2** Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este procedimiento debe ser clase A con certificado y/o verificado.

- 5.2.1** Cucharilla medidora.

6 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico, a menos que se indique otro grado.

Agua, con las siguientes características: Conductividad máxima 5,0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 $^{\circ}\text{C}$ y pH de 5,0 a pH 8,0.

- 6.1** Disoluciones buffer
- 6.1.1** Disolución buffer A. Disolver 30 g de cloruro de magnesio ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 5 g de acetato de sodio ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 1,0 g de nitrato de potasio (KNO_3) o 0,84 g de nitrato de sodio (NaNO_3) y 20 mL de ácido acético (99 %) (CH_3COOH), en 500 mL de agua destilada y llevar al aforo a 1 000 mL.
- 6.1.2** Disolución buffer B. (Esta disolución es requerida cuando las muestras de sulfatos tienen concentraciones menores a 10 mg/L



ESTADOS UNIDOS MEXICANOS
SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

de SO_4^{2-}). Disolver 30 g de cloruro de magnesio ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 5 g de acetato de sodio ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 1,0 g de nitrato de potasio (KNO_3) o 0,84 g de nitrato de sodio (NaNO_3), 0,111 g de sulfato de sodio (Na_2SO_4) y 20 mL de ácido acético (99 %) (CH_3COOH), en 500 mL de agua destilada y llevar al aforo a 1 000 mL.

- 6.2** Cloruro de bario ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en cristales de 20 a 30 mallas (o de tamaño de partículas similar, de manera que se pueda medir de 0,2 g a 0,3 g de forma uniforme utilizando una cucharilla medidora).
- 6.3** Disolución de referencia de concentración de masa de ion sulfato de $\gamma(\text{SO}_4^{2-}) = 100 \text{ mg/L}$ de SO_4^{2-} . Preparada como se describe en 6.3.1, ó en 6.3.2.
- 6.3.1** Disolver en agua 147,9 mg de sulfato de sodio anhidro y llevar al aforo a 1 000 mL. Este estándar puede adquirirse comercialmente.
- 6.3.2** Medir 10,4 mL de disolución de referencia valorada de ácido sulfúrico 0,0100 mol/L y llevar a un volumen de 100 mL con agua.

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 7.1** Tomar la muestra en frascos de plástico o de vidrio.
- 7.2** Tomar un volumen mínimo de 200 mL.
- 7.3** Todas las muestras deben refrigerarse a una temperatura de 4 °C ± 2 °C hasta su análisis.
- 7.4** Conservando la muestra en refrigeración puede mantenerse hasta 28 días.

8 CONTROL DE CALIDAD

- 8.1** Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad en referencia a la norma mexicana NMX-AA-115-SCFI-2001, (véase 3 Referencias).



9 CURVA DE CALIBRACIÓN

- 9.1** Empleando la disolución de referencia de concentración de masa de $\gamma(\text{SO}_4^{2-}) = 100 \text{ mg/L}$ de SO_4^{2-} , preparar las disoluciones de calibración, según requiera, dentro del intervalo de concentración de masa de 0 mg/L a 40 mg/L de SO_4^{2-} .

Arriba de 40 mg/L, decrece la exactitud del método y pierden estabilidad las suspensiones de sulfato de bario.

Seguir el procedimiento que se describe para las muestras para el desarrollo de la turbiedad véase capítulo 10. Incluir un blanco de reactivo.

- 9.2** Para curva de calibración con intervalo de concentración de masa de 0 mg/L a 40 mg/L de SO_4^{2-} , utilizar celdas de paso óptico de luz de 1 cm o mayor.
- 9.3** Construir una curva de calibración con un mínimo de 5 puntos además del blanco, dentro del intervalo de 0 mg/L a 40 mg/L de SO_4^{2-} .

10 PROCEDIMIENTO

- 10.1** Formación de turbiedad de sulfato de bario.

- 10.1.1** Transferir a un matraz Erlenmeyer de 250 mL una muestra de 100 mL, o una porción conveniente llevada al aforo con agua a 100 mL. Añadir 20 mL del reactivo buffer A (véase 6.1.1) o B (véase 6.1.2) según sea el caso y mezclar en el aparato agitador.

- 10.1.2** Mientras la disolución se está agitando, añadir el contenido de una cucharilla (véase 5.2.1) llena de cristales de cloruro de bario (véase 6.2) y empezar a medir el tiempo inmediatamente. Agitar durante un minuto a una velocidad constante (véase nota 1).

NOTA 1: La velocidad exacta de agitación no es crítica, pero debe ser constante para cada corrida de muestras y de patrones, y debe ajustarse a casi el máximo al cual no ocurran salpicaduras.



10.1.3 Una vez concluida la agitación vaciar a la celda y medir la turbiedad en unidades de absorbancia o nefelométricas después de 5 min \pm 0,5 min. Leer la absorbancia de las muestras y las disoluciones de referencia a 420 nm en una celda de 1 cm o mayor de longitud de paso óptico de luz.

10.1.4 Corrección por el color o turbiedad de la muestra.

Correr un blanco de muestra sin agregar cloruro de bario y restarlo a la muestra que contiene color y/o turbiedad.

11 CÁLCULOS

11.1 Si se usó la disolución buffer A, calcular la concentración de la muestra directamente.

11.2 Si se usó la disolución buffer B, se debe restar la concentración del blanco, de la concentración de la muestra, esto debido a que la curva de calibración no es un línea recta y por lo tanto no es equivalente a restar la absorbancia del blanco a la absorbancia de la muestra.

11.3 Calcular la concentración de masa de $\gamma(\text{SO}_4^{2-})$ expresada en mg/L de SO_4^{2-} , utilizando la siguiente ecuación:

$$\gamma(\text{SO}_4^{2-}) = [\alpha(\lambda) - a] / b$$

Donde:

- b es la pendiente;
- a es la ordenada al origen;
- $\alpha(\lambda)$ es la absorbancia del ion sulfato a la longitud de onda λ , y
- $\gamma(\text{SO}_4^{2-})$ es la concentración de masa del ion sulfato expresada en mg/L de SO_4^{2-} .

Multiplicar por el factor de dilución cuando aplique.

12 INTERFERENCIAS



- 12.1** En este método, interfieren la materia en suspensión en grandes cantidades y el color. La materia suspendida puede eliminarse parcialmente por filtración. Si ambos interferentes producen lecturas pequeñas en comparación con la de la concentración del ion sulfato, la interferencia se corrige según 10.1.4. La sílice en concentración de masa de 500 mg/L y la materia orgánica en concentraciones altas, también interfieren, imposibilitando la precipitación satisfactoria del sulfato de bario.

En aguas potables, no existen otros iones además del sulfato, que formen compuestos insolubles con bario, bajo condiciones fuertemente ácidas.

13 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 120 días naturales después de la publicación de la declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

14 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida. Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 27 de noviembre de 2002.
- 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-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.
- Method 4500-SO₄²⁻ E, "Turbidimetric Method", Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, America Public Health Association, Washington,



DC 20001-3710, 22st Edition , 2012, pp. 4-190
a pp. 4-191.

15**CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES**

Esta norma mexicana no coincide con la Norma Internacional ISO 22743:2006 Water quality - Determination of sulfates — Method by continuous flow analysis (CFA), no es posible concordar con el concepto internacional por las razones siguientes:

La Norma Internacional establece el método de inyección de flujo continuo y la mayoría de los laboratorios no cuentan con ese tipo de equipos por el alto costo. Este tema será materia de otra norma.

México D. F., a 13 de enero de 2015

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

ALBERTO ULISES ESTEBAN MARINA