

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-AA-76-1981**"ANALISIS DE GUA-DETERMINACION DE NIQUEL"****PREFACIO**

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

- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD.-
Laboratorio
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.-
Dirección General de Protección y Ordenación Ecológica.
- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.-
Dirección General de Saneamiento del Agua.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.-
Subgerencia de Investigación.
- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL.-
Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica.
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGIAS APROPIADAS
- MERCK MEXICO, S.A.-
Departamento de Información y Capacitación.

**NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-AA-76-1981,
"ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DE NIQUEL"****1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION**

La presente Norma Oficial establece el método colorimétrico de la dimetilglioxima para la determinación de níquel en agua.

Esta norma es aplicable en aguas potables, naturales y residuales.
Este método colorimétrico se emplea para un ámbito de .050 a 250 µg de Ni.

El método por espectrofotometría de absorción atómica es más adecuado para el análisis de este elemento, sólo en caso de que no se cuente con el equipo necesario, se recomienda usar el método colorimétrico.

2.- REFERENCIAS

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

NOM-AA-3	"Aguas residuales-Muestreo".
NOM-AA-14	"Cuerpos receptores-Muestreo".
NOM-BB-14	"Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorio".
NOM-Z-1	"Sistema general de unidades de medida - sistema (SI) de unidades".
NOM-AA-51	"Análisis de Agua - Determinación de Metales - Método espectrofotométrico de absorción atómica".

3.- DEFINICIONES

3.1. Absorción espectral

Es la separación de energía térmica o radiante por cualquier material. Cubre el campo del espectro electromagnético y es la base de los modernos métodos de la Química Analítica. El poder de absorción espectral (absorbencia) de un material, se expresa con la siguiente ecuación:

$$Ac = \log \frac{I_0}{I}$$

Siendo:

I_0 = La intensidad de la luz incidente

I = La intensidad de la luz emitida

Y está en función de la naturaleza química del material.

4.- INTERFERENCIAS

4.1. La turbiedad y el color en las muestras causadas principalmente por materia orgánica, sobre todo en aguas residuales, impiden el desarrollo y medición del color. En este caso es necesario hacer una digestión con ácido nítrico-ácido sulfúrico antes del desarrollo del método (ver 9.1). Para aguas potables no se efectúa el procedimiento del inciso 9.1.

4.2. Hierro y cobre interfieren, por lo que es necesario una separación preliminar de estos elementos y del níquel (ver 9.3).

5.- RESUMEN DEL METODO

Para la determinación del níquel, la muestra es sometida a una digestión preliminar con una mezcla ácida para eliminación de interferencias. Posteriormente el cobre y el hierro son separados mediante extracciones con una solución de cupferrón, el níquel se separa entonces de otros iones por extracción de un complejo de dimetilglioxima con cloroformo, se extrae nuevamente a una fase acuosa ácida y se hace reaccionar nuevamente con la solución de dimetilglioxima, para el desarrollo del color y se mide su absorción espectral fotométricamente.

6.- REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se habla de agua debe entenderse agua destilada.

6.1. Solución indicadora de anaranjado de metilo

Disolver 50.0 mg del indicador en polvo en agua y diluir a 100 cm³.

6.2. Acido sulfúrico, H₂SO₄, concentrado.

6.3. Acido nítrico, HNO₃, concentrado.

6.4. Peróxido de hidrógeno, H₂O₂, 30 %.

6.5. Solución patrón de sulfato de níquel.

Disolver 447.9 mg de sulfato de níquel NiSO₄ · 6H₂O en agua y llevar a 1000 cm³ en matraz volumétrico; 1 cm³ = 100 µg de Ni.

6.6. Solución estándar de sulfato de níquel

Tomar 100 cm³ de solución patrón y llevar a 1000 cm³ en matraz volumétrico; 1 cm³ 10 µg de Ni

6.7. Solución de ácido clorhídrico, HCL, 1.0 N

6.8. Agua bromada

Saturar agua con bromo.

6.9. Hidróxido de amonio, NH₄ OH, concentrado.

6.10. Solución de dimetilglioxima, sal disódica.- C₄ H₆ N₂ O₂ Na₂

Disolver 1 g de dimetil glioxima sal disódica en 100 cm³ de agua.

6.11. Alcohol etílico al 95% CH₃ - CH₂ - OH

6.12. Solución de tartrato de sodio, Na₂ C₄ H₄ O₆ - 2H₂ O

Disolver 10 g de tartrato de sodio en 90 cm³ de agua.

6.13. Solución de hidróxido de sodio, NaOH, CH.

6.14. Acido acético, C₂ H₄ O₂ , concentrado

6.15. Solución cupferrón.- C₆ H₉ H₃ O₂ .

Disolver 1 g de cupferrón en 100 cm³ de agua. Preparar cada vez que se use.

6.16. Cloroformo CHCl₃ .

6.17. Solución de clorhidrato de hidroxilamina, HH₂ OH - HCl.

Disolver 10 g de clorhidrato de hidroxilamina en 90 cm³ de agua. Preparar diariamente.

7.- APARATOS

7.1. Espectrofotómetro o fotómetro de filtro para usarse a 445 nm provisto de un paso de luz de un cm.

7.2. Baño de vapor o parrilla de calentamiento con control de temperatura.

8.- MUESTREO Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

8.1. El muestreo se efectúa de acuerdo con las Normas Oficiales NOM-AA-3 "Aguas residuales - Muestreo" y NOM-AA-14 "Cuerpos receptores - Muestreo", según el caso.

8.2. Las muestras se colectan en recipientes de plástico. En caso de no efectuar de inmediato el análisis, preservarlas añadiendo 5 cm³ de ácido nítrico concentrado por litro de muestra. Guardar por un máximo de 6 meses.

9.- PROCEDIMIENTO

9.1. Digestión con ácidos nítrico y sulfúrico

9.1.1. De acuerdo a la concentración esperada del metal tomar un volumen de muestra perfectamente homogénea, de acuerdo a la siguiente tabla:

Concentración esperada en mg/L	Volumen de muestra (cm ³)
< 1	1000
1 - 10	100
10 - 100	10
100 - 1000	1

9.1.2. Colocar en una cápsula de evaporación y acidificar el anaranjado de metilo con ácido sulfúrico concentrado.

9.1.3. Agregar 5 cm³ de ácido nítrico concentrado y 2 cm³ de peróxido de hidrógeno al 30%.

9.1.4. Evaporar a 15 ó 20 cm³ en un baño de vapor o parrilla de calentamiento, evitando proyecciones.

9.1.5. Transferir la solución evaporada junto con cualquier sólido nuevamente a una matraz Erlenmeyer de 125 cm³.

9.1.6. Lavar la cápsula con 5 cm³ de ácido nítrico y 10 cm³ de ácido sulfúrico concentrados y agregar al matraz.

9.1.7. Agregar unas perlas de vidrio y evaporar hasta desprendimiento de humos densos, blancos de SO₃. Suspender el calentamiento.

9.1.8. Si la solución no está clara, agregar 10 cm³ de ácido nítrico concentrado y repetir la evaporación hasta desprendimiento de humos de SO₃.

NOTA 1: En este punto, todo el ácido nítrico debe haber sido removido, esto se indica por la claridad de la solución y la ausencia de humos cafés en el matraz.

9.1.9. Enfriar a temperatura ambiente y diluir con agua a 50 cm³ aproximadamente.

9.1.10. Calentar hasta cerca del punto de ebullición para disolver todas las sales solubles.

9.1.11. Filtrar a través de un filtro de fibra de vidrio.

9.1.12. Lavar el matraz y el filtro con dos porciones de 5 cm³ de agua.

9.1.13. Transferir cuantitativamente el filtrado con los lavados a un matraz volumétrico de 100 cm³.

9.1.14. Llevar a la marca con agua y mezclar vigorosamente y de esta solución tomar porciones para el análisis.

9.2. Preparación de la curva de calibración.

9.2.1. Transferir con pipetas volumétricas a matraces volumétricos de 100 cm³ la solución estándar.

cm ³ de solución estándar.	µg de Ni
0	0
5	50
10	100
15	150
20	200
25	250

9.2.2. Agregar 25 cm³ de solución de ácido clorhídrico 1.0 N y 5 cm³ de agua bromada.

9.2.3. Enfriar con una corriente de agua fría, agregar 10 cm³ de hidróxido de amonio concentrado.

9.2.4. Agregar 20 cm³ de la solución de dimetilgloxima sal disódica y 20 cm³ de alcohol etílico. Aforar con agua y mezclar. Dejar reposar por 10 minutos exactos y medir inmediatamente la absorción espectral de los estándares a 445 nm.

9.2.5. Trazar la curva de calibración graficando las absorciones copectrales contra sus respectivas concentraciones.

9.3. Tratamiento para separar hierro y cobre.

9.3.1. Tomar una porción de la muestra tratada por digestión con ácido nítrico-ácido sulfúrico (inciso 9.1.14), conteniendo entre 50 y 250 µg de Ni. Colocar en un embudo de separación.

9.3.2. Agregar 10 cm³ de solución de tartrato de sodio, 2 gotas (0.1 cm³) del indicador de anaranjado de metilo y gota a gota solución de hidróxido de sodio 6 N hasta el vire del indicador de canela-amarillo.

9.3.3. Agregar 1 cm³ de ácido acético y enfriar colocando el embudo en una corriente de agua fría.

9.3.4. Añadir 4 cm³ de la solución de cupferrón recién preparado. Mezclar.

9.3.5. Adicionar 10 cm³ de cloroformo y mezclar bien.

9.3.6. Dejar reposar para separar las fases y continuar agregando pequeñas cantidades de cupferrón hasta que se forme un precipitado blanco (que indica el exceso de cupferrón).

9.3.7. Mezclar agitando el embudo, dejar que se separen las fases y desechar la capa de cloroformo.

9.3.8. Lavar con 10 cm³ de cloroformo y desecharlo.

9.3.9. Agregar 1 cm³ de solución de clorhidrato de hidroxilamina, mezclar y dejar reposar 10 minutos y proceder a la separación del níquel.

9.4. Separación de níquel.

9.4.1. Agregar a la solución del embudo (inciso 9.3.5) 10 cm³ de la solución de dimetilgloxima de disódica y mezclar.

9.4.2. Agregar 10 cm³ de cloroformo y mezclar bien. Dejar reposar para que se separen las fases.

9.4.3. Pasar la capa de cloroformo a un segundo embudo de separación y repetir esta operación con varias porciones de 10 cm³ de cloroformo hasta que este sea incoloro, y adicionarla al cloroformo de la primera extracción. Desechar la capa acuosa.

9.4.4. Agregar al embudo que contiene el cloroformo, 10 cm³ de solución de ácido clorhídrico 1.0 N. Mezclar bien y dejar reposar para separar las fases.

9.4.5. Regresar la capa de cloroformo al primer embudo y lavar con 10 cm³ de solución de ácido clorhídrico 1.0 H.

9.4.6. Agregar 10 cm³ de ácido clorhídrico concentrado y desechar la capa de cloroformo.

9.4.7. Transferir todas las porciones de ácido clorhídrico a un matraz volumétrico de 100 cm³.

9.4.8. Continuar con el procedimiento exactamente en la misma forma que para la curva de calibración a partir del inciso 9.2.2.

10.- CALCULOS

Determinar la concentración de níquel en las muestras leyendo en la curva de calibración la concentración correspondiente a sus absorciones espectrales y aplicando la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{mg de Ni}}{\text{L}} = \frac{\text{A}}{\text{B}} \times \frac{\text{100}}{\text{C}}$$

Donde:

A = Contenido de Ni leído en la curva de calibración, en µg.

B = Volumen de muestra tomado para el análisis, en cm³.

C = Volumen de la porción tomada para el análisis (después de la digestión con ácido sulfúrico clorhídrico), en cm³

11.- BIBLIOGRAFIA

11.1. Standard Methods for the examination of Water and Wastewater.- American Health Association.- American Works-Association.- Water Pollution Control. Federation.- 14 th Edition.

11.2. Manual of Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes - 1974 U.S. Environmental Protection Agency.

11.3. Diccionario de Química y de Productos Químicos.- Gessner C. Hawley.- Ediciones Omega.- Barcelona.- 1975.

11.4. COLORIMETRIC DETERMINATION OF TRACES OF METALS. III EDITION.- Interscience Publienera Inc. New York.- 1953.

12.- CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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