



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-099-SCFI-2012

**ANÁLISIS DE AGUA -DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO
DE NITRITOS EN AGUAS NATURALES Y RESIDUALES -
MÉTODO DE PRUEBA (CANCELARÁ A LA NMX-AA-099-
SCFI-2006).**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF NITROGEN FROM
NITRITES IN NATURAL WATERS AND WASTEWATERS - TEST
METHOD**

PREFACIO

En la elaboración del presente proyecto de 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.
- CENICA
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- CIATEC, A. C.
- 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.
- EVALUACIÓN Y ANÁLISIS AMBIENTAL, S. A. DE C. V.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- 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 POLITÉCNICO NACIONAL
- INTERTEK TESTING DE SERVICES DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
Laboratorio Ciudad de México-Ambiental
- 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.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SERVICIOS AMBIENTALES
- LABORATORIO Y ASESORÍA EN CONTROL DE LA CONTAMINACIÓN,
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,
Depto. Biotecnología

UNIDAD AZCAPOTZALCO
División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Depto. 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 Biología
Instituto de Ingeniería

ÍNDICE DEL CONTENIDO

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



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-099-SCFI-2012

ANÁLISIS DE AGUA -DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE NITRITOS EN AGUAS NATURALES Y RESIDUALES - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELARÁ A LA NMX-AA-099-SCFI-2006).

WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF NITROGEN FROM NITRITES IN NATURAL WATERS AND WASTEWATERS - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

El nitrito, considerado como una etapa intermedia en el ciclo del nitrógeno, puede estar presente en el agua como resultado de la descomposición biológica de materiales protéicos. En aguas superficiales crudas, las huellas de nitritos indican contaminación. También se puede producir el nitrito en las plantas de tratamiento o en los sistemas de distribución de agua, como resultado de la acción de bacterias sobre el nitrógeno amoniacal.

El nitrito puede entrar en un sistema de abastecimiento a través de su uso como inhibidor de corrosión en agua de proceso industrial. El nitrito es un agente etiológico potencial de metahemoglobinemia. El ácido nitroso, que se forma de nitritos en solución ácida, puede reaccionar con aminas secundarias ($RR'-NH$) para formar nitrosaminas ($RR'-N-N=O$) muchas de las cuales son conocidas por ser potentes agentes carcinogénicos.

El nitrógeno de nitritos rara vez aparece en concentraciones mayores a 1 mg/L, aún en efluentes de plantas de tratamiento municipales. Su concentración en aguas superficiales y subterráneas es normalmente más baja de 0,1 mg/L. Debido a que el nitrógeno es un nutriente esencial para organismos fotosintéticos, es importante el monitoreo y control de descargas del mismo al ambiente.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este proyecto de norma mexicana especifica un método de prueba espectrofotométrico para la determinación de nitrógeno de nitritos, en aguas naturales crudas no salinas (epicontinentales, subterráneas y pluviales), en aguas salinas (marinas, costeras, de estuarios, esteros, marismas y subterráneas), aguas residuales crudas municipales e industriales y aguas residuales tratadas municipales e industriales, en un intervalo de 0,01 mg/L a 1 mg/L de N-NO_2^- .

Para su uso doméstico, como fuente de abastecimiento de agua potable, público urbano, recreativo con y sin contacto directo, riego agrícola, pecuario, acuacultura, industrial y protección de la vida acuática marina y de agua dulce y descarga en cuerpos receptores y alcantarillado municipal o reúso. Es de aplicación nacional.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El principio del método consiste en que los nitritos presentes reaccionan en medio ácido (pH de 1,9 a 2,5), para formar ácido nitroso que reacciona con la sulfanilamida por una reacción de diazotización para formar una sal de diazonio, la cual por copulación con el diclorhidrato de N-(1-Naftil) etilendiamina forma un colorante azóico de color púrpura rojizo que se mide espectrofotométricamente a 540 nm ó 543 nm.

3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de este proyecto de norma se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes:

- | | |
|--------------------------|---|
| - NMX-AA-089/1-SCFI-2010 | Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 3 de marzo de 2011. |
| - NMX-AA-089/2-1992 | Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 2. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 24 de marzo de 1992. |
| - 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 este proyecto de norma mexicana, aplican los términos y definiciones contenidos en las normas mexicanas NMX-AA-089/1-SCFI-2010 y NMX-AA-089/2-1992, vigentes.

5 EQUIPO Y MATERIALES

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

5.1 Equipo

5.1.1 Espectrofotómetro para utilizarse a una longitud de onda de 540 nm ó 543 nm equipado con celdas de 1 cm ó mayor de paso óptico de luz.

5.1.2 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

5.1.3 Balanza granataria con precisión de 0,1 g.

5.1.4 pHmetro ó papel indicador.

5.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser clase A.

5.2.1 Frasco de polietileno o vidrio con tapa de 2 L de capacidad.

5.2.2 Membrana filtrante de 0,45 μm .

5.2.3 Filtros de fibra de vidrio con diámetro de poro de 0,7 μm .

5.2.4 Papel filtro de poro medio.

6 REACTIVOS Y PATRONES

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

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

- 6.1 Ácido clorhídrico (HCl) concentrado
- 6.2 Sulfanilamida ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$)
- 6.3 Diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}-\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$), NEDA.
- 6.4 Acetato de sodio ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
- 6.5 Nitrito de sodio (NaNO_2)
- 6.6 Disolución de Ácido clorhídrico (HCl) 1:3

Diluir 10 mL de HCl y 30 mL de agua

- 6.7 Reactivo de color-buffer

A 250 mL de agua destilada añadir 105 mL de ácido clorhídrico concentrado (véase 6.1), 5,0 g de sulfanilamida (véase 6.2) y 0,5 g de diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina (véase 6.3). Agitar hasta disolver. Añadir 136 g de acetato de sodio (véase 6.4) y agitar hasta disolver. Diluir a 500 mL con agua destilada. Esta disolución es estable por varias semanas si se almacena en la oscuridad y en refrigeración.

Precaución: este reactivo es tóxico. Debe evitarse su ingestión ó contacto con la piel.

- 6.8 Disolución madre de referencia de nitritos de concentración de masa 250mg/L de $\text{N}-\text{NO}_2^-$.

Pesar 1,232 0 g de nitrito de sodio (NaNO_2), (véase 6.5) previamente secado por lo menos 2 h de 100 °C a 105 °C y disolver en agua y llevar a volumen de 1 L. Preservar con 2 mL de cloroformo por litro. 1,0 mL = 0,25 mg de $\text{N}-\text{NO}_2^-$.

NOTA 1: Utilizar un material de referencia de nitritos cuando aplique. Esta disolución está disponible comercialmente.

6.9 Disolución intermedia de referencia de nitritos de concentración de masa 50 mg/L de N-NO_2^- .

Diluir 50 mL de la disolución madre de referencia de nitritos (véase 6.8) a 250 mL. 1,0 mL = 0,05 mg de N-NO_2^- .

6.10 Disolución de trabajo de referencia de nitritos de concentración de masa 1,0 mg/L de N-NO_2^- .

Diluir 20 mL de la disolución intermedia de referencia de nitritos (véase 6.9) a 1 L. 1,0 mL = 0,001 mg de N-NO_2^- .

NOTA 2: Esta disolución debe ser preparada momentos antes de utilizarse.

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

7.1 Las muestras deben ser colectadas y conservadas en frascos de vidrio o polietileno, a una temperatura de $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, para evitar la conversión de nitritos a nitratos o amoníaco.

7.2 El análisis debe realizarse durante las 24 h posteriores a su recolección, almacenar las muestras a $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

7.3 Las muestras congeladas a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ pueden conservarse máximo 48 h antes de ser analizadas.

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 NMX-AA-115-SCFI-2001 vigente.

9 CALIBRACIÓN

9.1 Curva de calibración

En matraces volumétricos de 50 mL preparar una serie de al menos cinco

disoluciones de material de referencia que contengan de 0,01 mg/L de N-NO_2^- a 0,20 mg/L de N-NO_2^- a partir de la disolución de referencia de trabajo de nitrito de 1 mg/L de N-NO_2^- (véase 6.10). Por ejemplo, medir 0,5 mL, 1,0 mL, 2,0 mL, 5,0 mL y 10,0 mL y aforar a la marca con agua y proseguir como en 10.3 y 10.4 (incluir blanco de reactivo).

10 PROCEDIMIENTO

10.1 Pretratamiento de la muestra

La muestra debe estar libre de turbiedad y color, si es necesario, filtrarla a través de membranas de 0,45 μm de poro, filtros de fibra de vidrio de 0,7 μm de poro o través de papel de poro medio según aplique.

Para evaluar el efecto del color y turbidez de la muestra, que no haya desaparecido con la filtración, debe prepararse un blanco de muestra. Este debe prepararse de igual forma que la muestra pero adicionar 2 mL de la disolución de HCl 1:3 (véase 6.6) en lugar del reactivo de color-buffer (véase 6.7), la absorbancia de este blanco de muestra se resta a la absorbancia de la muestra.

Si la muestra tiene un pH mayor a 10 ó bien, una alcalinidad total superior a los 600 mg/L, ajuste a un pH de aproximadamente 6 con ácido clorhídrico 1:3 (véase 6.6). Puede utilizar papel indicador.

10.2 Porción de muestra

Tomar 50 mL de muestra previamente tratada (véase 10.1) cuando aplique, o una alícuota y diluir a 50 mL en un matraz volumétrico.

10.3 Añadir 2 mL de reactivo de color -buffer (véase 6.7) para cada disolución de referencia y muestras; mezclar y permitir que el color se desarrolle en un período por lo menos de 15 min. El medio de la reacción para la coloración debe tener un pH entre 1,5 y 2,0, esta medición puede realizarse con papel indicador.

10.4 Leer la absorbancia a 540 nm ó 543 nm.

10.5 Llevar un blanco durante todos los pasos del método.

NOTA 3 Seguir las instrucciones del fabricante del equipo en cuanto a la resta automática del blanco de ensayo.

11 CÁLCULOS

- 11.1** Calcular la concentración de masa de $\gamma(\text{N-NO}_2^-)$ expresada en mg/L de N-NO_2^- utilizando la siguiente ecuación:

$$\alpha(\lambda) = b \cdot \gamma(\text{N-NO}_2^-) + a$$

Donde:

- b es la pendiente;
a es la ordenada al origen;
 $\alpha(\lambda)$ es la absorbancia del N-NO_2^- a la longitud de onda λ , y
 $\gamma(\text{N-NO}_2^-)$ es la concentración de masa de $\gamma(\text{N-NO}_2^-)$ expresada como mg/L de N-NO_2^- .

Multiplicar el resultado por el factor de dilución cuando aplique.

- 11.2** Reportar los resultados como mg/L de N-NO_2^-

12 INTERFERENCIAS

- 12.1** Por su propiedad de precipitación en las condiciones de la prueba interfieren los iones siguientes: férrico (Fe^{3+}), mercurioso (Hg^+), plata (Ag^+), bismuto (Bi^+), antimonioso (Sb^{3+}), plomo (Pb^{2+}), aurico (Au^{3+}), hexacloroplatinato (PtCl_6^{2-}) y metavanadato (VO_3^{2+}). Interfieren el método ciertas sustancias frecuentemente encontradas en muestras de agua, principalmente: cloraminas, tiosulfatos, polifosfatos de sodio, entre otras.

NOTA 4: Se recomienda emplear matrices fortificadas para verificar las interferencias.

13 MANEJO DE RESIDUOS

Cada laboratorio debe contemplar, dentro de su programa de control de calidad, el destino final de los residuos generados durante la medición.

14 VIGENCIA

El presente proyecto de norma mexicana, una vez que concluya su período de consulta pública, entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación

de su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.

15 BIBLIOGRAFÍA

- Ley Federal de Derechos, Servicios Relacionados con el Agua y sus Bienes Públicos Inherentes, 2012.
- NOM-001-SEMARNAT-1996 Que Establece los Límites Máximos Permisibles de Contaminantes en las Descargas de Aguas Residuales en Aguas y Bienes Nacionales. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- Method 354.1 Colorimetric Method N-NO₂ Nitrite. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response, Washington, DC, U.S. 1971.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 22th Edition 2012, 4500-NO₂-B, Colorimetric Method.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Este proyecto de norma mexicana no coincide con ninguna norma internacional por no existir Norma Internacional sobre el tema tratado.