

DECLARATORIA de vigencia de las normas mexicanas NMX-AA-008-SCFI-2011 y NMX-AA-154-SCFI-2011.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Economía.- Subsecretaría de Competitividad y Normatividad.- Dirección General de Normas.- Dirección de Normalización.

DECLARATORIA DE VIGENCIA DE LAS NORMAS MEXICANAS NMX-AA-008-SCFI-2011, ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DEL pH - METODO DE PRUEBA- (CANCELA A LA NMX-AA-008-SCFI-2000), NMX-AA-154-SCFI-2011, ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DE NITROGENO DE NITRITOS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES, RESIDUALES TRATADAS Y MARINAS-METODO DE PRUEBA.

La Secretaría de Economía, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 34 fracciones XIII y XXXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 51-A, 51-B, 54 y 66 fracciones III y V de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 46, 47 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y 19 fracciones I y XV del Reglamento Interior de esta Secretaría y habiéndose satisfecho el procedimiento previsto por la ley de la materia para estos efectos, expide la declaratoria de vigencia de las normas mexicanas que se enlistan a continuación, mismas que han sido elaboradas, aprobadas y publicadas como proyectos de normas mexicanas por el Comité Técnico de Normalización Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales. Los textos completos de las normas que se indican pueden ser consultados gratuitamente en la biblioteca de la Dirección General de Normas de esta Secretaría, ubicada en Puente de Tecamachalco número 6, Lomas de Tecamachalco, Sección Fuentes, código postal 53950, Naucalpan de Juárez, Estado de México, o en el Catálogo Mexicano de Normas que se encuentra en la página de Internet: <http://www.economia-nmx.gob.mx>.

La presente Norma Mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de esta declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.

CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
NMX-AA-008-SCFI-2011	ANALISIS DE AGUA - DETERMINACION DEL pH - METODO DE PRUEBA- (CANCELA A LA NMX-AA-008-SCFI-2000).
Objetivo y campo de aplicación Esta Norma Mexicana es de aplicación nacional y establece el método de prueba para determinar el pH en aguas naturales, salinas, residuales y residuales tratadas. Este método es aplicable a todos los tipos de agua y muestras de aguas residuales en el intervalo de pH 3 a pH 10.	
Concordancia con normas internacionales Esta Norma Mexicana coincide básicamente con la Norma Internacional ISO 10523:1994 - Water quality- Determination of pH y difiere de ella en los siguientes puntos: • 3 Definiciones. Se añadió la definición de patrón de trabajo (véase 3.2), para homologar esta norma con el conjunto de normas de este tema (Análisis de agua). • 4 Reactivos. Se modificó el texto para señalar que los valores asignados son nominales, ya que no tienen una incertidumbre asociada. • 9. Cálculo de pH para diversas temperaturas. Se eliminó la gráfica 1, corrección por temperatura y toda referencia a ella, ya que indicaba un valor erróneo (diferente a cero) para una temperatura de 25 °C. • 13 Informe de ensayo. Se añadió la incertidumbre asociada al resultado de la medición. Este cambio fue acordado para asegurar el control de calidad, la trazabilidad y la confiabilidad de los resultados de cualquier prueba incluida en las NMX. • Se crea el Apéndice informativo E, que incluye la norma ISO que complementa a esta Norma Mexicana, para colocar fuera del cuerpo de esta norma las referencias a normas ISO, de acuerdo a la NMX-Z-013/1-1977.	
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-Z-013/1-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977. • DIN 19260 pH measurement - General terms and definitions. Fecha de publicación 2005-06. • DIN 19261 pH measurement - Measuring methods with potentiometric cells - Terms and definitions.	

Fecha de publicación 2005-06.

- DIN 19263 pH-measurement - pH measuring chains. Fecha de publicación 2007-05.
- DIN 19266 pH measurement - Referenz buffer solutions for the calibration of pH measuring equipment. Fecha de publicación: 2000-01.
- DIN 38404-4 German Standard methods for analysing water, waste water and sludge; physical and physical-Chemical parameters (Group C); determination of temperature (C4). Fecha de publicación: 1976-12.
- DIN 38404-5 German standard methods for the examination of water, waste water and sludge - Physical and physico-chemical characteristics (group C) - Part 5: Determination of pH value (C 5). Fecha de publicación: 2009-07.
- IEC 60746-1 ed2.0 Expression of performance of electrochemical analyzers - Part 1: General. Fecha de publicación: 2003-01-22.
- IEC 60746-2 ed2.0 Expression of performance of electrochemical analyzers - Part 2: pH value. Fecha de publicación: 2003-01-22.
- BATES, R. G. Determination of pH, J. Wiley & Sons, New York (1973).
- BAUCKE, F. G. K. Low Temperature Limit of NBS (DIN) pH Standard Buffer Solution Potassium Tetroxalate, Electrochim. Acta 24 (1979), pp. 95–97.
- COVINGTON, A. K., BATES, R. G. and DURST, R. A. Definition of pH scales Standard reference values, measurement of pH and related terminology, Pure & Appl. Chem. Vol. 57 (1985), pp. 531-542.
- COVINGTON, A. K., WHALLEY, P. D. and DAVISON, W. Recommendations for the determination of pH in low ionic strength fresh waters (IUPAC) Pure Appl. Chem. 57 (1985), pp. 877-886.
- DAVISON, W., COVINGTON, A. K. and WHALLEY, P. D. Conventional residual liquid junction potentials in dilute solutions, Anal. Chim. Acta 223 (1989), pp. 441-447.
- Galster, H 1991. pH Measurement: Fundamentals, Methods, Applications, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Measurement of pH. Definition, standards, and procedures (IUPAC Recommendations 2002), Pure Appl. Chem., Vol. 74, No. 11, pp. 2169–2200, 2002.
- VDI-Richtlinie 3870 Blatt 10 Entwurf Mai 1988: Messen von Regeninhaltsstoffen - Messen des pH-Werts in Regenwasser. VDI-Kommission Reinhaltung der Luft, Düsseldorf.

CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
NMX-AA-154-SCFI-2011	ANALISIS DE AGUA-DETERMINACION DE NITROGENO DE NITRITOS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES, RESIDUALES TRATADAS Y MARINAS-METODO DE PRUEBA.
Objetivo y campo de aplicación Esta Norma Mexicana es de aplicación nacional y especifica un método de prueba espectrofotométrico para la determinación de nitrógeno de nitritos. El método es aplicable en aguas naturales, residuales, residuales tratadas incluyendo, el agua de mar y efluentes en un intervalo de 0,01 mg/L a 1 mg/L de NO₂.	
Concordancia con normas internacionales Esta Norma Mexicana no coincide con ninguna norma internacional por no existir referencia alguna con respecto a la metodología mencionada al momento de su elaboración.	
Bibliografía • NOM-001-SEMARNAT-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales. Declaratoria de vigencia 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. • 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.
- NMX-Z-013/1-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
- Method 354.1 Colorimetric Method N-NO₂ Nitrite. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response, Washington, DC, U.S. 1971.
- GREENBERG, Arnold, et al. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition 2005, 4500-NO₂- B Colorimetric Method.

México, D.F., a 2 de septiembre de 2011.- El Director General de Normas, **Christian Turégano Roldán**.-
Rúbrica.



NORMA MEXICANA

NMX-AA-008-SCFI-2011

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DEL PH -
MÉTODO DE PRUEBA- (CANCELA A LA NMX-AA-008-
SCFI-2000).**

WATER ANALYSIS.-DETERMINATION OF PH. - TEST METHOD

PREFACIO

En la elaboración de esta norma mexicana participan 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.
- 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
- INTEMA, S.A. DE C.V.
- 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 QUÍMICO INDUSTRIAL
- LABORATORIO SERVICIOS AMBIENTALES
- 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
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO PAJARITOS
- 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
- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL
- 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
- 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 del capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2	REFERENCIAS	2
3	DEFINICIONES	3
4	INTERFERENCIAS	3
5	REACTIVOS	4
6	EQUIPO	5
7	MUESTREO Y MUESTRAS	6
8	PROCEDIMIENTO	7
9	CÁLCULO DE PH PARA DIVERSAS TEMPERATURAS	8
10	COMPROBACIÓN DE LA EXACTITUD Y MANTENIMIENTO DE LOS EQUIPOS	9
11	EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS	10
12	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	11
13	INFORME DE ENSAYO	11
14	VIGENCIA	12
15	BIBLIOGRAFÍA	12
16	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	14
APÉNDICE INFORMATIVO A		15
APÉNDICE INFORMATIVO B		17
APÉNDICE INFORMATIVO C		19
APÉNDICE INFORMATIVO D		20
APÉNDICE INFORMATIVO E		21



NORMA MEXICANA

NMX-AA-008-SCFI-2011

ANÁLISIS DE AGUA.- DETERMINACIÓN DEL pH.- MÉTODO DE PRUEBA- (CANCELA A LA NMX-AA-008- SCFI-2000).

WATER ANALYSIS.-DETERMINATION OF pH. - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

La medición del pH del agua es muy importante para muchos tipos de muestra. Los valores altos y bajos de pH son tóxicos para organismos acuáticos, ya sea directamente o indirectamente. Es el parámetro más importante utilizado en la evaluación de las propiedades corrosivas de un medio ambiente acuático. Asimismo, es importante para el funcionamiento efectivo de los procesos de tratamiento de aguas y su control (por ejemplo, floculación y desinfección de cloro), el control de plumbosolencia de aguas potables y tratamiento biológico de aguas residuales y los vertidos de aguas residuales.

Se utilizan distintos métodos de determinación, que van desde la simple utilización de papel indicador a sofisticados métodos utilizando un medidor de pH. La determinación de pH se puede clasificar en dos clases, colorimétricas y electrométrico métodos (véase 15.12 y 15.17).

Los métodos colorimétricos emplean indicadores que desarrollan una gama de colores a diferentes pH. Su precisión es restringida y sólo son satisfactorias para su uso en una prueba de campo.

El método electrométrico se basa en la medición de la fuerza electromotriz de una celda electroquímica, que consta de la muestra, un electrodo de vidrio y un electrodo de referencia. Se puede obtener una desviación estándar de $\Delta pH = 0,05$ o menos mediante este método. Si la muestra es baja en la fuerza iónica, es decir, menos de 5 mS/m de conductividad electrolítica, son necesarios equipos de análisis y procedimientos especiales (véase 8.3).

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es de aplicación nacional y establece el método de prueba para determinar el pH en aguas naturales, salinas, residuales y residuales tratadas.

Este método es aplicable a todos los tipos de agua y muestras de aguas residuales en el intervalo de pH 3 a pH 10.

2 REFERENCIAS

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

- | | |
|-------------------------|---|
| -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-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. |

3 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-089/2-1992, vigentes, y se establecen las siguientes:

3.1 pH:

El pH fue originalmente definido por Sørensen en 1909 (véase 15.17) en términos de la concentración de iones hidrógeno como (en nomenclatura moderna):

$$pH = -\lg (c_H / c^0)$$

Donde c_H es la concentración de iones hidrógeno en $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, y $c^0 = 1 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ es la concentración estándar. Subsecuentemente se ha aceptado que es más satisfactorio definir el pH en términos de la actividad relativa de los iones de hidrógeno en la disolución:

$$pH = -\lg a_H = -\lg (m_H \gamma_H / m^0) \dots (1)$$

Donde a_H es la actividad relativa del ión hidrógeno (en base molal); γ_H es el coeficiente de actividad molal del ión hidrógeno H^+ a la molalidad m_H , y m^0 es la molalidad estándar. La magnitud pH es considerada como una medida de la actividad de los iones hidrógeno en la disolución. Sin embargo, ya que es definida en términos de una magnitud que no puede medirse a través de un método termodinámico válido la Ec. (1) puede ser únicamente una definición nocional de pH.

3.2 Patrón de trabajo:

Patrón utilizado habitualmente para calibrar o verificar instrumentos o sistemas de medida. Un patrón de medida de trabajo usualmente se calibra con un patrón de medida de referencia. Otros términos aplicables a este concepto en el contexto de la verificación son "patrón de verificación" y "patrón de control"

4 INTERFERENCIAS

La temperatura, algunos gases y materiales orgánicos interfieren con la medición de pH. Materiales suspendidos en la muestra pueden provocar errores significativos (efecto de suspensión). Espere la sedimentación y sumerja los electrodos en la fracción clara. O bien, filtre la muestra. Cuando se hace la medición en aguas residuales y algunas aguas superficiales, hay un alto riesgo de manchar los electrodos o de contaminación de las membranas y los diafragmas con aceite, grasa u otros contaminantes.

En el caso de los electrodos de referencia, esto se puede evitar (véase 6.4, nota 4), si la precipitación se lleva a cabo en el diafragma, por ejemplo, sulfuro de plata o aglomerados de proteínas, por lo que será necesario formar un puente de electrolito entre la muestra y el electrodo de referencia con electrolitos inertes, por ejemplo, $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$.

Es necesaria la limpieza regular de los electrodos (véase 10.2).

5 REACTIVOS

5.1 Agua libre de dióxido de carbono

Prepare agua destilada o agua desionizada por ebullición o por burbujeo con nitrógeno. Esta agua es utilizada para diluir las disoluciones reguladora de pH de la doble calibración (véase 10.1).

5.2 Disoluciones amortiguadoras de pH de referencia

Utilice las disoluciones B, C, D, F e I, que se encuentran en el apéndice informativo B, o disoluciones amortiguadoras de pH de referencia comerciales que no estén afectadas por el crecimiento de microorganismos. Si las disoluciones no se esterilizan son estables durante aproximadamente 6 semanas. El dióxido de carbono de la atmósfera afecta a disoluciones de pH con valores de pH de más de 4.

Cabe aclarar que los valores de pH asignados a estas disoluciones son nominales, no son trazables a las unidades del SI y de ningún modo reemplazan el uso de materiales de referencia certificados. El usuario deberá determinar si son adecuadas para un propósito específico.

NOTA 1: No se deben usar disoluciones amortiguadoras de pH comercialmente disponibles que contienen sales de mercurio como conservador.

NOTA 2: Para otras disoluciones reguladora de pH (véase 15.7, 15.14 y 15.15)

5.3 Electrolito de referencia

Disolución de electrolitos para rellenar el electrodo de referencia de acuerdo con las instrucciones del fabricante, por ejemplo, disoluciones de cloruro de potasio con las siguientes concentraciones:

- I: $c(\text{KCl}) = 3.5 \text{ mol/L}$ [$\rho(\text{KCl}) = 261 \text{ g/L}$]
II: $c(\text{KCl}) = 3.0 \text{ mol/L}$ [$\rho(\text{KCl}) = 224 \text{ g/L}$]
III: $c(\text{KCl}) = 1.0 \text{ mol/L}$ [$\rho(\text{KCl}) = 74.6 \text{ g/L}$]

Disolver la masa especificada de cloruro de potasio en agua y diluir a 1 litro. Para llegar al punto de saturación del cloruro de plata, se recomienda añadir algunos mililitros de disolución de nitrato de plata [$c(\text{AgNO}_3) \approx 1 \text{ mol/L}$].

6 EQUIPO

6.1 Recipiente de muestreo,

Con capacidad mínima de 500 mL, fondo plano y hecho con vidrio de baja alcalinidad, por ejemplo, vidrio de borosilicato. Recipientes de plástico que puedan ser impermeables a los gases.

6.2 Termómetro

Con una resolución de 0.5 °C

6.3 Potenciómetro

Con una impedancia de entrada superior a $10^{12} \Omega$, compensación de temperatura y corrección de pendiente en milivolt por unidad de pH. El potenciómetro deberá tener una resolución de 0,01 unidades de pH o mejor.

6.4 Electrodo de vidrio y electrodo de referencia

El sistema de medición de electrodo de vidrio tendrá una diferencia de potencial nula (0 volts) entre pH = 6.5 y pH = 7.5, usando un electrodo de referencia similar al electrodo de referencia que tiene membrana de vidrio

(Sistema de electrodo simétrico) (véase 12 y 13). La resistencia de la membrana de los electrodos de vidrio será $R_m < 10^9 \Omega$.

La celda puede también ser un electrodo combinado comercialmente disponible.

NOTA 3: Los electrodos de calomel contienen mercurio y sus sales. En el caso de una ruptura, el contenido tóxico del metal pesado entra en contacto con el medio, por lo tanto, en general, y especialmente en el agua utilizada para beber o de albercas, debe ser utilizado un electrodo de referencia de plata / cloruro de plata. Para evitar que se obstruya el diafragma con cloruro de plata, se recomienda un electrolito de referencia $c(\text{KCl}) = 1.0 \text{ mol/L}$.

NOTA 4: Se recomiendan electrodos de referencia con un caudal de 0.1 mL a 2 mL por día. Todos los electrodos nuevos deben ser probados antes de su uso y, a continuación, a intervalos regulares (véase 10.1). Para prevenir la contaminación del diafragma, es necesario un exceso de la presión hidrostática en el electrolito de referencia, lo que equivale a una diferencia en el nivel de agua de 2 cm o más.

5 Electrodo de vidrio para agua con una baja conductividad (véase 8.3.1).

6 Procedimientos de ensayo de unidades electrónicas y los electrodos (véase 15.11).

7 MUESTREO Y MUESTRAS

El valor de pH puede cambiar rápidamente en la muestra de agua como resultado de procesos químicos, físicos o biológicos. Por esta razón, mida el pH lo más rápidamente posible sin exceder 6 h después de la toma de muestra (véase NMX-AA-003-1980 vigente o E.1).

Si éste no es el caso, pase un tubo flexible de la toma de muestras al fondo de un recipiente de muestreo y llene el recipiente hasta desbordar. Alternativamente, enjuague el recipiente con la muestra y sumérjalo en la misma. Llene el recipiente evitando la presencia de aire. Elimine todas las burbujas de aire de la muestra por agitación suave y tapando el recipiente.

Analice a más tardar 24 h después de la toma de muestra. Evite los cambios bruscos de temperatura y el intercambio gaseoso con la atmósfera. Ejemplo: sumergir botella *winkler*, y taparla dentro de la muestra evitando la turbulencia.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Preparación

Mida la temperatura de las disoluciones amortiguadoras de pH (véase 15.8) Ajuste el control de la temperatura del potenciómetro. De acuerdo con las instrucciones del fabricante, considere la posibilidad del punto isopotencial. Las disoluciones amortiguadoras de pH y las muestras deben tener la misma temperatura, cuando sea posible.

8.2 Calibración en dos puntos

Para llevar a cabo la calibración del medidor de pH o potenciómetro siga las instrucciones del fabricante del equipo. Lea cuidadosamente el manual del mismo, ya que parámetros como la compensación de temperatura, el reconocimiento automático de disoluciones de calibración, estabilidad de las lecturas, intervalos permisibles de la pendiente y el punto de iso-potencial, pueden influir adversamente en la calibración e incluso dar lugar a errores sistemáticos.

Al margen de la diversidad de medidores de pH existentes, los cuales cubren un amplio intervalo de complejidad y funciones automatizadas, las siguientes prácticas deben observarse durante la calibración:

- Lave el electrodo con agua y sumérjalo en la disolución amortiguadora (véase 5.2). Agite la disolución suavemente con el electrodo y permita que la disolución repose (tome la lectura sin agitación).
- Deben elegirse las disoluciones amortiguadora para pH B, C, D, F o I de modo que el pH esperado de la muestra se encuentre dentro del intervalo de las disoluciones amortiguadoras de pH utilizadas.
- El punto de iso-potencial debe caer en un intervalo $\Delta pH \leq 0.5$

- La tabla A1 en el apéndice informativo A muestra los intervalos permisibles de la pendiente.

NOTA 5: Debe elegirse la disolución reguladora de pH B, C, F o I de modo que el pH esperado de la muestra se encuentre dentro del intervalo de las disoluciones amortiguadoras de pH utilizadas.

8.3 Medición en el agua con baja conductividad

Las mediciones de pH en agua con una baja fuerza iónica (conductividad inferior a 5 mS/m) y baja capacidad reguladora de pH necesitan de cuidados especiales. Ejemplos de tales aguas son: agua desionizada, condensada y de lluvia.

8.3.1 Equipos

Utilice un electrodo de vidrio comercialmente disponible con una membrana de vidrio de baja solubilidad, por ejemplo, un electrodo altamente alcalino. Estos electrodos se recomiendan para todas las mediciones en aguas. Es necesario tomar un electrodo de referencia con una junta aterrizada y un electrolito de referencia con $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/L}$. Agite suavemente el electrodo de vidrio para evitar que se derrame el cloruro de potasio. Para evitar que el aire interfiera, permita que parte de la muestra fluya a la celda de medición. Para eliminar los efectos electrostáticos, la muestra se blindo por una celda de Faraday y aterriza mediante un electrodo metálico en la muestra.

8.3.2 Calibración

Compruebe la calibración utilizando una de las disoluciones de referencia de baja capacidad reguladora de pH dada en el apéndice informativo C.

9 CÁLCULO DE pH PARA DIVERSAS TEMPERATURAS

El pH debe estar referido a 25 °C. Si el valor es medido a diferente temperatura, debe indicarse. Si es necesario, expresar el pH para otras temperaturas diferentes a la medición, utilizar el cálculo siguiente:

$$pH_{25} = pH_{tm} + \Delta pH_{tm}$$

donde

pH_{25} es el pH a 25 °C

pH_{tm} es el pH a la temperatura de la medición

ΔpH_{tm} es la desviación de pH con referencia a 25 °C para la temperatura de la medición

NOTA 6: El cálculo es válido para las aguas con una capacidad amortiguadora de pH debida principalmente a los iones de bicarbonato.

10 COMPROBACIÓN DE LA EXACTITUD Y MANTENIMIENTO DE LOS EQUIPOS

10.1 Comprobación del equipo

La siguiente prueba es para detectar el mal funcionamiento de los electrodos de vidrio y de referencia. Esta prueba se aplica a electrodos nuevos, electrodos que no se han utilizado durante 2 semanas o más, y electrodos que se usan regularmente.

Calibre los electrodos usando una de las disoluciones de trabajo contenidas en la tabla B.1. Este valor es $pH(S)$. Luego, diluya al 50 % la disolución amortiguadora de pH con agua libre de CO₂. La desviación observada, ΔpH , que exceda el efecto de dilución $\Delta pH_{1/2}$ dado en la Tabla B.1, es el error por la unión líquida, ΔpH_j (calibración doble).

$$\Delta pH_j = pH(S) - pH(S_{1/2}) - \Delta pH_{1/2}$$

donde

$pH(S_{1/2})$ es el pH de la disolución de referencia diluida

Agite la disolución suavemente y, mientras existe agitación, anote el nuevo pH_E estable. El cambio en la agitación, ΔpH_E , se calculará de la siguiente manera:

$$\Delta pH_E = pH_E - pH(S) - \Delta pH_j$$

Donde el $pH(S)$ es el pH de la disolución estándar de referencia.

Si la señal fluctúa, estimar la diferencia, ΔpH_n , entre las lecturas máximas y mínimas. Utilice la lista en la Tabla 1 para evaluar el desempeño del electrodo.

TABLA 1 Para evaluar el desempeño del electrodo

Características del desempeño	Intervalo óptimo	Intervalo aceptable
Error de unión líquida, ΔpH_j	≤ 0.03	≤ 0.05
Cambio en la agitación, ΔpH_E	≤ 0.005	≤ 0.02
Ruido, ΔpH_n	≤ 0.005	≤ 0.02

10.2 Mantenimiento de los electrodos

Después de una extensa serie de mediciones, es necesario limpiar el sistema de electrodos (celda de medición) cuando el pH de una disolución de referencia requiere un mayor plazo de equilibrio. Limpie regularmente los electrodos (diario o semanalmente) con lienzos que no desprendan pelusa, o, si las muestras contenían impurezas orgánicas, con etanol (70%), acetona o disolución de detergente tibia. Eliminar calcita con ácido clorhídrico diluido. Usar disolventes orgánicos por un corto período de tiempo únicamente, porque disminuyen la sensibilidad de los electrodos de vidrio por deshidratación de los lixiviados de la capa de membrana de vidrio. En caso de utilizar disolventes orgánicos, el electrodo se recarga permaneciendo en agua durante varias horas. Es esencial calibrar nuevamente.

Observe las instrucciones del fabricante con respecto a su almacenamiento y mantenimiento. Los electrodos de referencia y combinados deben almacenarse en las disoluciones que también se utilizan como electrolito de referencia. Electrodos de vidrio deben almacenarse en agua.

Electrodos utilizados para agua de baja conductividad, no se utilizan para otras muestras, por ejemplo, aguas residuales.

11 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Reportar el pH con las cifras decimales indicadas por el instrumento.

Reportar la temperatura a la cual se efectuó la medición.

EJEMPLOS:

pH 8.450, medido a 10.2 °C.

pH 7.62, medido a 16.4 °C en el laboratorio 2 h después de la toma de muestras.

12 DESVIACIÓN ESTÁNDAR

Para el control de calidad analítico de esta norma mexicana, considerar lo descrito en la NMX-AA-115-SCFI-2001 vigente.

13 INFORME DE ENSAYO

El informe de ensayo deberá contener la siguiente información:

- 13.1** Una referencia a esta norma mexicana.
- 13.2** Identificación precisa de la muestra, localización de la fuente, hora de muestreo, procedimiento de muestreo y el tiempo transcurrido entre la toma y medición de la muestra.
- 13.3** La expresión de los resultados de acuerdo a 11.
- 13.4** Reportar el valor obtenido de pH, junto con la estimación de su incertidumbre expandida asociada. Dos cifras significativas son usualmente suficientes.

Ejemplos

pH = 8.45 ± 0.03 , con un intervalo de confianza del 95 %, medido a 10.2 °C.

pH = 7.62, $U = 0.03$, con un factor de cobertura $k = 2$, medido a 16.4 °C en el laboratorio, 2 h después de la toma de muestras

- 13.5** Cualquier desviación de este método y una descripción de cualquier circunstancia que pueda haber influido en los resultados.

- 13.6** Añadir, para el agua de lluvia, la duración de la toma de muestras.

14 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

15 BIBLIOGRAFÍA

- 15.1** 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.
- 15.2** NMX-Z-013/1-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
- 15.3** DIN 19260 pH measurement - General terms and definitions. Fecha de publicación 2005-06.
- 15.4** DIN 19261 pH measurement - Measuring methods with potentiometric cells - Terms and definitions. Fecha de publicación 2005-06.
- 15.5** DIN 19263 pH-measurement - pH measuring chains. Fecha de publicación 2007-05.
- 15.6** DIN 19266 pH measurement - Referenz buffer solutions for the calibration of pH measuring equipment. Fecha de publicación: 2000-01.
- 15.7** DIN 38404-4 German Standard methods for analysing water, waste water and sludge; physical and physical-Chemical parameters (Group C);

determination of temperature (C4). Fecha de publicación: 1976-12.

- 15.8** DIN 38404-5 German standard methods for the examination of water, waste water and sludge -Physical and physico-chemical characteristics (group C) - Part 5: Determination of pH value (C 5). Fecha de publicación: 2009-07.
- 15.9** IEC 60746-1 ed2.0 Expression of performance of electrochemical analyzers - Part 1: General. Fecha de publicación: 2003-01-22.
- 15.10** IEC 60746-2 ed2.0 Expression of performance of electrochemical analyzers - Part 2: pH value. Fecha de publicación: 2003-01-22.
- 15.11** BATES, R. G. Determination of pH, J. Wiley & Sons, New York (1973).
- 15.12** BAUCKE, F. G. K. Low Temperature Limit of NBS (DIN) pH Standard Buffer Solution Potassium Tetroxalate, Electrochim. Acta 24 (1979), pp. 95-97.
- 15.13** COVINGTON, A. K., BATES, R. G. and DURST, R. A. Definition of pH scales Standard reference values, measurement of pH and related terminology, Pure & Appl. Chem. Vol. 57 (1985), pp. 531-542.
- 15.14** COVINGTON, A. K., WHALLEY, P. D. and DAVISON, W. Recommendations for the determination of pH in low ionic strength fresh waters, (IUPAC) Pure Appl. Chem. 57 (1985), pp. 877-886.
- 15.15** DAVISON, W., COVINGTON, A. K. and WHALLEY, P. D. Conventional residual liquid junction potentials in dilute solutions, Anal. Chim. Acta 223 (1989), pp. 441-447.
- 15.16** Galster, H 1991. pH Measurement: Fundamentals, Methods, Applications, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- 15.17** Measurement of pH. Definition, standards, and procedures (IUPAC Recommendations 2002), Pure Appl. Chem., Vol. 74, No. 11, pp. 2169-2200, 2002.

15.18 VDI-Richtlinie 3870 Blatt 10 Entwurf Mai 1988: Messen von Regeninhaltsstoffen - Messen des PH-Werts in Regenwasser. VDI-Kommission Reinhaltung der Luft, Düsseldorf.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide básicamente con la norma internacional ISO 10523:1994.- Water quality – Determination of pH y difiere de ella en los siguientes puntos:

- 3 Definiciones. Se añadió la definición de patrón de trabajo (véase 3.2), para homologar esta norma con el conjunto de normas de este tema (Análisis de agua).
- 4 Reactivos. Se modificó el texto para señalar que los valores asignados son nominales, ya que no tienen una incertidumbre asociada.
- 9. Cálculo de pH para diversas temperaturas. Se eliminó la gráfica 1, corrección por temperatura y toda referencia a ella, ya que indicaba un valor erróneo (diferente a cero) para una temperatura de 25 °C.
- 13 Informe de ensayo. Se añadió la incertidumbre asociada al resultado de la medición. Este cambio fue acordado para asegurar el control de calidad, la trazabilidad y la confiabilidad de los resultados de cualquier prueba incluida en las NMX.
- Se crea el Apéndice informativo E, que incluye la norma ISO que complementa a esta norma mexicana, para colocar fuera del cuerpo de esta norma las referencias a normas ISO, de acuerdo a la NMX-Z-013/1-1977.

APÉNDICE INFORMATIVO A

Cálculo del valor de pH

El valor de pH de la muestra se calcula de la siguiente manera

$$pH = pH(S) + (U[S] - U) (F / \log_{10} RT)$$

donde

$pH(S)$ es el valor de pH de la disolución reguladora de pH de referencia;

$U[S]$ es el voltaje del electrodo de la celda del electrodo de vidrio en contacto con la disolución reguladora de pH de referencia;

U es el voltaje de la misma celda del electrodo en contacto con la muestra;

F es la constante de Faraday, en coulomb por mol ($F = 9.648 \times 10^4$ C/mol);

R es la constante molar de gas, en joule por mol Kelvin [$R = 8.314$ J/(mol.K)];

T es la temperatura de la muestra, en Kelvin;

$F / \log_{10} RT$ es el factor de la pendiente de un electrodo ideal y depende de la temperatura (véase la Tabla A. 1).

La tensión U es la suma del número de contribuciones de potenciales, incluidos los de vidrio y los electrodos de referencia, una junta líquido y el potencial de asimetría y depende de la temperatura. Por lo tanto, las muestras de referencia y la disolución reguladora de pH deben estar preferentemente a la misma temperatura.

El potencial de junta depende del contenido iónico de la muestra y el electrodo de referencia.

Agitando la muestra cambia la lectura, debe tenerse en cuenta el correcto valor (sin agitar).

TABLA A.1 - Variación de la pendiente con el factor temperatura

Temperatura °C	Pendiente teórica mV	Pendiente practica aceptable mV	Pendiente práctica aceptable en relación a la pendiente teórica (%)
0	54.20	53 a 54.5	97.8 % a 100.5 %
10	56.18	55 a 56.5	97.9 % a 100.6 %
20	58.17	57 a 58.5	98.0 % a 100.6 %
25	59.16	58 a 59.5	98.0 % a 100.6 %
30	60.15	59 a 60.5	98.1 % a 100.6 %
40	62.13	61 a 62.5	98.2 % a 100.6 %
50	64.12	63 a 64.5	98.3 % a 100.6 %

APÉNDICE INFORMATIVO B

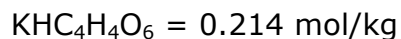
Disoluciones estándares de referencia primaria de pH

TABLA B.1. - Valores nominales de pH para disoluciones amortiguadoras de trabajo

Temperatura	B Bitartrato de potasio ¹⁾	C Biftalato de potasio	D Fosfato	F Bórax	I Hidrógeno de sodio/Bicarbonato de sodio
0	-	4.000	6.984	9.464	10.317
5	-	3.998	6.951	9.395	10.245
10	-	3.997	6.923	9.332	10.179
15	-	3.998	6.900	9.276	10.118
20	-	4.001	6.881	9.225	10.062
25	3.557	4.005	6.865	9.180	10.012
30	3.552	4.011	6.835	9.139	9.966
35	3.549	4.018	6.844	9.102	9.926
40	3.547	4.027	6.838	9.068	9.889
45	3.547	4.038	6.834	9.038	9.856
50	3.549	4.050	6.833	9.011	9.828
c(mol/L)	0.027	0.016	0.029	0.020	0.029
$\Delta\text{pH}_{1/2}$	+ 0.049	+ 0.052	+ 0.080	+ 0.01	+ 0.079
1) La solubilidad del bitartrato de potasio es reducida por enfriamiento y no puede utilizarse a una temperatura inferior a 25 °C. (Véase 15.13)					

La primera disolución estándar de referencia siempre será preparada con agua que esté libre de dióxido de carbono (véase 5.1). Los siguientes métodos se utilizan para disoluciones de B, C, D, F y I.

Disolución B: tartrato hidrogeno de potasio



Añadir 30 g de tartrato hidrógeno de potasio a un 1 litro de agua en una botella con tapón y agitar por 20 min a (25 ± 1) °C. Dejar de pie la botella y decantar la disolución clara. Descartar cuando el crecimiento aparece.

Disolución C: ftalato hidrógeno de potasio

$$b[\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH})(\text{COOK})] = 0.05 \text{ mol/L}$$

Disolver 10.21 g de ftalato de hidrógeno de potasio, que se ha secado durante 2 h a 120 °C, en agua a 25 °C y diluir a 1 litro en un matraz volumétrico.

Disolución D: fosfato hidrógeno disódico

$$b(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0.025 \text{ mol/kg} \text{ y fosfato dihidrógeno de potasio, } b(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0.025 \text{ mol/kg.}$$

Secar las sales de anhidro a 120 °C durante 2 h. Disolver 4.45 g de hidrógeno fosfato disódico dihidratado ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (o 3.55 g Na_2HPO_4) y 3.40 g de fosfato dihidrógeno de potasio en agua a 25 °C y diluir a 1 litro con agua. Las sales de anhidro se secan a 120 °C.

Disolución F: Bórax

$$b(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/kg.}$$

Disolver 3.81 g de bórax en agua a 25 °C y diluir a 1 litro en un matraz volumétrico.

Disolución I: Carbonato de sodio

$$b(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.025 \text{ mol/kg} \text{ y bicarbonato de sodio } b(\text{NaHCO}_3) = 0.025 \text{ mol/kg.}$$

Disolver 2.640 g de carbonato de sodio, que se ha secado durante 90 min a 250 °C, y 2.092 g de bicarbonato de sodio, que se ha secado por más de 2 días a tamiz molecular, en agua y diluir a 1 litro en un matraz volumétrico.

APÉNDICE INFORMATIVO C

Disoluciones de referencia de baja capacidad reguladora de pH

$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ mmol/L}$

Esta disolución tiene un pH de 4,005 de 0 °C a 30 °C

$c(\text{NaHCO}_3) = 0,05 \text{ mmol/L}$, aire equilibrado [$p(\text{CO}_2) = 316 \text{ mbar}$]

Temperatura °C	10	20	30	40	50
pH	6.93	6.99	7.06	7.14	7.20

Airear la disolución reguladora de pH por aireación con una bomba para lograr la correcta presión parcial de CO_2 .

APÉNDICE INFORMATIVO D

Agua de lluvia sintética

Cuadro D.L - Agua de lluvia sintética producida por la mezcla de muestras de disoluciones acuosas existentes (véase 15.19)

Reactivo	Disolución existente Concentración en masa mg/L	Cantidad de la concentración de la sustancia mmol/L	Control de muestras mL de la disolución existente en 5 litros de agua	
			Muestra 1	Muestra 2
H ₂ SO ₄	-	50.0	2.500	7.500
CaCl ₂ .2H ₂ O	920	6.26	0.30	1.00
NaNO ₃	2456	28.9	1.00	2.00
NH ₄ Cl	1497	28.0	1.500	0
KNO ₃	650	6.43	1.00	2.00
MgSO ₄ .7H ₂ O	1026	4.16	1.00	2.00
(NH ₄) ₂ SO ₄	9170	64.4	0	2.00
HNO ₃	-	100.0	0.050	5.00
HCl	-	50.0	0	2.500
NaF	588	14.0	1.00	2.00
pH (25 °C			4.30 ± 0.02	3.59 ± 0.02
Conductividad µS/cm			26 ± 2	130 ± 2

APÉNDICE INFORMATIVO E

NORMA QUE COMPLEMENTA A ESTA NORMA MEXICANA

- E.1** ISO 5667-3, Water quality, –Sampling- Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples, o la NMX que la adopte.

México, D.F., a
El Director General, **CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.