

AVISO de consulta pública del Proyecto de Norma Mexicana PROY-NMX-AA-172-SCFI-2013.

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.

AVISO DE CONSULTA PÚBLICA DEL PROYECTO DE NORMA MEXICANA PROY-NMX-AA-172-SCFI-2013, ANÁLISIS DE AGUA-MEDICIÓN DEL CONTENIDO DE SÓLIDOS EN SEDIMENTOS POR IGNICIÓN, EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-MÉTODO DE PRUEBA.

La Secretaría de Economía, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 34 fracciones II, XIII y XXXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 3 fracción X, 51-A, 51-B y 54 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 43, 44 y 46 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y 21 fracciones I, IX y XXI del Reglamento Interior de esta Secretaría, publica el aviso de consulta pública del proyecto de norma mexicana que se enlista a continuación, mismo que ha sido elaborado y aprobado por el Comité Técnico de Normalización Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales (COTEMARNAT).

De conformidad con el artículo 51-A de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, este proyecto de norma mexicana, se publica para consulta pública a efecto de que dentro de los siguientes 60 días naturales los interesados presenten sus comentarios ante el seno del Comité que lo propuso, ubicado en Boulevard Adolfo Ruíz Cortines número 4209, piso 5, colonia Jardines de la Montaña, Delegación Tlalpan, código postal 14210, México, D.F. Tel: (55) 5628 0600 extensión: 10611 y 10610 o a los correos electrónicos cuauhtemoc.choa@semarnat.gob.mx; y cotemarnat@semarnat.gob.mx con copia a esta Dirección General de Normas maria.medinam@economia.gob.mx; emeterio.mosso@economia.gob.mx y rebeca.rodriguez@economia.gob.mx.

El texto completo del documento puede ser consultado gratuitamente en la Dirección General de Normas de esta Secretaría, ubicada en Avenida 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 de la Dirección General de Normas cuya dirección es <http://www.economia-nmx.gob.mx/normasmx/index.nmx>

CLAVE O CÓDIGO	TÍTULO DEL PROYECTO DE NORMA MEXICANA
PROY-NMX-AA-172-SCFI-2013	ANÁLISIS DE AGUA-MEDICIÓN DEL CONTENIDO DE SÓLIDOS EN SEDIMENTOS POR IGNICIÓN, EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-MÉTODO DE PRUEBA.

Síntesis

Este proyecto de norma describe el método para la medición de sólidos por ignición, tanto volátiles como totales, en muestras sólidas y semisólidas que aplica a sedimentos de cuerpos de 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. Es de aplicación nacional.

México, D.F., a 12 de septiembre de 2013.- El Director General de Normas y Secretariado Técnico de la Comisión Nacional de Normalización, **Alberto Ulises Esteban Marina**.- Rúbrica.



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-172-SCFI-2013

ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN DEL CONTENIDO DE SÓLIDOS EN SEDIMENTOS POR IGNICIÓN, EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS– MÉTODO DE PRUEBA

**ANALYSIS OF WATER –DETERMINATION OF SOLIDS CONTENT
ON SEDIMENTS BY IGNITION, IN NATURAL WATERS,
WASTEWATERS AND TREATED 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.
- ANALYZE LABS, S.C.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIÓN Y CAPACITACIÓN AMBIENTAL
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- 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.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO
- 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 IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SERVICIOS AMBIENTALES
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO Y ASESORÍA EN CONTROL DE LA CONTAMINACIÓN, 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
- SISTEMAS DE INGENIERÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.
- 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 Ingeniería

INDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
0	INTRODUCCION	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	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	4
7	CONTROL DE CALIDAD	4
8	CALIBRACIÓN	4
9	PROCEDIMIENTO	4
10	CÁLCULOS	6
11	INTERFERENCIAS	7
12	SEGURIDAD	7
13	MANEJO DE RESIDUOS	7
14	VIGENCIA	8
15	BIBLIOGRAFÍA	8
16	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	8



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-172-SCFI-2013

ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN DEL CONTENIDO DE SÓLIDOS EN SEDIMENTOS POR IGNICIÓN, EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS— MÉTODO DE PRUEBA

ANALYSIS OF WATER – DETERMINATION OF SOLIDS CONTENT ON SEDIMENTS BY IGNITION, IN NATURAL WATER, WASTEWATER AND TREATED WASTEWATER— TEST METHOD

0 INTRODUCCION

Los sólidos totales volátiles se definen operacionalmente por la temperatura de ignición. El contenido de sólidos totales no siempre representa el contenido orgánico de la muestra debido a que algunos materiales orgánicos se pueden perder a la temperatura de secado y algunos materiales inorgánicos (por ejemplo carbonatos y cloruros) también pueden perderse a temperaturas de ignición. Debido a la dependencia de temperatura de los sólidos totales volátiles, comparaciones de estudios internos válidos requieren del uso estandarizado de secado y temperaturas de ignición.

Los sólidos totales volátiles representan la fracción de sólidos totales que son perdidos en la ignición a más altas temperaturas que las que se utilizan para determinar sólidos totales. Los sólidos totales volátiles son utilizados para la determinación como una estimación aproximada de la cantidad de materia orgánica presente en los sólidos totales.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este proyecto de norma describe el método para la medición de sólidos por ignición, tanto volátiles como totales, en muestras sólidas y semisólidas que aplica a sedimentos de cuerpos de 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. Es de aplicación nacional.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El principio de este método se basa en la medición cuantitativa de los sólidos volátiles que se pierden por ignición durante el calentamiento mediante la evaporación y calcinación de la muestra a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de estos.

3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de este proyecto de norma 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 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 (véase 3 Referencias).

5 EQUIPO Y MATERIALES

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

5.1 Equipo

- a) Baño de agua;
- b) horno de secado que alcance una temperatura de $110\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$;
- c) mufla que alcance una temperatura de $550\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$;
- d) balanza analítica con precisión de 0,1 mg, y
- e) balanza granataria con precisión de 0,1 g.

5.2 Materiales

- a) Desecador;
- b) espátulas;
- c) cápsulas de evaporación;
- d) mechero Fisher, y
- e) termómetros.

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Las muestras deben ser colectadas y conservadas en frascos de vidrio o polietileno, se recomienda una cantidad de muestra mínima de 100 g, la cual deberá ser conservada a una temperatura de $4,0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y en la oscuridad. En caso de que exista material no representativo para el análisis, éste deberá ser removido en el campo bajo la supervisión del responsable del muestreo y anotado en la hoja de campo. Las muestras pueden ser almacenadas hasta por seis meses si se mantienen en congelación.

7 CONTROL DE CALIDAD

Para el control de calidad analítico de este proyecto de norma mexicana considerar lo descrito en la norma NMX-AA-115-SCFI-2001 (véase 3 Referencias).

8 CALIBRACIÓN

Se debe contar con la calibración y/o verificación de los equipos y materiales siguientes:

- a) Balanza analítica, y
- b) termómetros.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Preparación de la Muestra

Permita que las muestras congeladas de sedimento alcancen la temperatura ambiente y homogenice mecánicamente cada muestra.

9.2 Preparación del material

- Introduzca las cápsulas de evaporación limpias a $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ por una hora en una mufla para remover remanente de material orgánico.

- Transferir las cápsulas a un horno a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 30 min.
- Enfríe las cápsulas a temperatura ambiente en un desecador.
- Pese cada cápsula, considerando un criterio de masa constante de 0,01 g y almacene en el desecador (m_1).

9.3 Procedimiento Analítico

9.3.1 Determinación de sólidos totales

9.3.1.1 Muestras semisólidas

Si la muestra tiene suficiente humedad para que fluya más o menos rápido, agite y homogenice, transfiera una muestra de 25 g a 50 g a una cápsula de evaporación previamente puesta a masa constante (m_1) registre la masa de la cápsula más la muestra húmeda (m_2) colóquela sobre un baño de agua y evapore casi a sequedad. Introduzca en un horno a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 h y evapore a sequedad. Enfríe a temperatura ambiente en un desecador; pese la cápsula con la muestra seca.

Repita el proceso hasta que la diferencia en masa sea del 4 % ó 50 mg. Mida la muestra por duplicado considerando que el peso entre ellas no varíe más de un 5 % (m_3).

9.3.1.2 Muestras sólidas

Si la muestra consiste de piezas pequeñas de material seco, pulverícelas sobre una superficie limpia y manipule usando guantes. Transfiera de 25 g a 50 g a una cápsula previamente puesta a masa constante y pese (m_2) ponga en el horno de secado a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante toda la noche, enfríe a temperatura ambiente en un desecador y pese, repita el secado por una hora hasta que la diferencia entre las pesadas sea del 4 % ó 50 mg.

Mida la muestra por duplicado considerando que el peso entre ellas no varíe más de un 5 % (m_3).

9.3.2 Para sólidos totales volátiles

Introduzca la cápsula con la muestra seca a $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ (m_3) asegúrese que la muestra no haga flama cuando sean colocadas dentro de la mufla ya que puede perder el sedimento de la cápsula. Para evitar lo anterior, puede iniciar la combustión sobre un mechero de alta temperaturas o se recomienda

que la temperatura del horno de la mufla sea menor a 550 °C cuando la muestra sea colocada dentro, e incrementar la temperatura gradualmente a 550 °C y calcine durante 30 min o hasta que las cenizas tomen una coloración blanquecina. Transferir a un horno y mantenga por 1 h a 103 °C ± 2 °C. Enfríe la cápsula con el residuo de ignición a temperatura ambiente en un desecador y pese (m_4). Repita el proceso hasta que la diferencia en masa sea del 4 % o 50 mg.

Mida la muestra por duplicado considerando que el peso entre ellas no varíe más de un 5 %.

10 CÁLCULOS

Porcentaje de humedad

$$\% H = \left[\frac{m_h - m_s}{m_h} \right] \cdot 100$$

Donde:

% H porcentaje de humedad;
 m_h masa de la muestra húmeda ($m_2 - m_1$), en g, y
 m_s masa de la muestra seca ($m_3 - m_1$), en g.

El contenido de sólidos totales (ST) se calcula como sigue:

$$ST = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)}$$

Donde:

ST sólidos totales, en g/g de masa húmeda;
 m_1 masa de la cápsula vacía, en g;
 m_2 masa de la cápsula y la muestra húmeda, en g, y
 m_3 masa de la cápsula y la muestra seca, en g.

El contenido de sólidos totales volátiles (STV) se calcula como sigue:

$$STV = \frac{(m_3 - m_4)}{(m_3 - m_1)}$$

Donde:

STV	sólidos totales volátiles, en g/g de masa seca;
m ₁	masa de la cápsula vacía, en g;
m ₃	masa de la cápsula y la muestra seca, en g, y
m ₄	masa de la cápsula y el residuo de ignición, en g.

11 INTERFERENCIAS

La determinación de sólidos, tanto volátiles como totales, en sedimentos está sujeta a error debido a la pérdida de carbonato amónico y materia orgánica volátil, experimentada durante la desecación. Para minimizar el error debe observarse cuidadosamente el tiempo y temperatura de ignición especificados para controlar las pérdidas de sales inorgánicas volátiles. Realice el pesado inmediatamente, ya que las muestras húmedas tienden a perder peso por evaporación. Después del secado o de la ignición, los residuos son a menudo muy higroscópicos y absorben rápidamente humedad del aire.

12 SEGURIDAD

Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

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 determinación.

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 de Aguas Nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 29 de abril de 2004.
- 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.

- Conventional Sediment Variables March 1986 PSEP: Puget Estuary Program Recommended Guidelines for Measuring Conventional Sediment Variables in Puget Sound. Prepared for U.S. Environmental Protection Agency Region 10, Office of Puget Sound, Seattle, WA and Puget Sound Water Quality Authority, Olympia, WA. Water Quality Authority, Olympia, WA 1986.

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 al momento de su elaboración.

México D.F. a 1 de octubre de 2013

El Director General de Normas; Lic. Alberto Ulises Esteban Marina