



NORMA MEXICANA

NMX-AA-005-SCFI-2013

**ANÁLISIS DE AGUA – MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES
RECUPERABLES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-AA-005-SCFI-2000).**

**WATER ANALYSIS - MEASUREMENT OF EXTRACTABLES FATS
AND OILS 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 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.
- 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
- 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 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
- PERKIN ELMER DE MÉXICO, 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.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

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	2
2	PRINCIPIO	2
3	REFERENCIAS	2
4	DEFINICIONES	2
5	REACTIVOS Y PATRONES	3
6	MATERIALES	4
7	EQUIPO	4
8	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	4
9	CONTROL DE CALIDAD	5
10	PROCEDIMIENTO	5
11	CÁLCULOS	7
12	INTERFERENCIAS	8
13	SEGURIDAD	8
14	MANEJO DE RESIDUOS	9
15	VIGENCIA	9
16	BIBLIOGRAFÍA	9
17	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	11



NORMA MEXICANA

NMX-AA-005-SCFI-2013

ANÁLISIS DE AGUA – MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES RECUPERABLES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-005-SCFI-2000).

WATER ANALYSIS - MEASUREMENT OF EXTRACTABLES FATS AND OILS IN NATURAL WATERS, WASTEWATERS AND TREATED WASTEWATERS - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Este método permite una estimación del contenido de grasas y aceites en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, al determinar gravimétricamente las sustancias que son extraídas con hexano de una muestra acuosa acidificada. La medición de grasas y aceites es indicativa del grado de contaminación del agua por usos industriales y humanos.

En la medición de grasas y aceites no se mide una sustancia específica, sino un grupo de sustancias con unas mismas características fisicoquímicas (solubilidad). Entonces la medición de grasas y aceites incluye ácidos grasos, jabones, grasas, ceras, hidrocarburos, aceites y cualquier otra sustancia susceptible de ser extraída con hexano.

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: 11 de abril de 2014.



1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece un método de análisis para la medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Es de aplicación nacional.

2 PRINCIPIO

Este método se basa en la adsorción de grasas y aceites en tierra de diatomeas, los cuales son extraídos en un equipo de extracción por recirculación empleando hexano como disolvente. Una vez terminada la extracción se evapora el hexano y se pesa el residuo que ha quedado en el recipiente; siendo este valor, el contenido de grasas y aceites.

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) y se establecen las siguientes:

4.1 Grasas y aceites:

Son los compuestos orgánicos constituidos principalmente por ácidos grasos de origen animal y vegetal, así como de hidrocarburos del petróleo que son extraídos de la muestra utilizando hexano como solvente.

4.2 Masa constante:

Es la masa que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado hasta obtener una diferencia $\leq 0,0005$ g en dos ciclos consecutivos.

5 REACTIVOS Y PATRONES

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

Cuando se indique agua debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Conductividad: $5,0 \mu\text{S}/\text{cm}$ máx a 25°C ; b) pH: 5,0 a 8,0.

- a) Ácido clorhídrico concentrado (HCl);
- b) hexano (C_6H_{14});
- c) ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4);
- d) suspensión de tierra de diatomeas-sílice: de aproximadamente 10 g/L de agua;
- e) ácido clorhídrico (1:1): mezclar volúmenes iguales de ácido clorhídrico concentrado y agua;
- f) ácido sulfúrico (1:1): mezclar volúmenes iguales de ácido sulfúrico concentrado y agua;
- g) aceite de referencia: preparar una mezcla de grasas y aceites pesando cantidades aproximadamente iguales de aceite mineral y vegetal mixto comercialmente disponibles, acorde a la

concentración requerida de grasas y aceites, y agregar la mezcla pesada a 1 L de agua, preservar de acuerdo a 8.3, y

- h) sílica gel o agente desecante con indicador colorido de humedad.

6 MATERIALES

- a) Cartuchos de extracción de celulosa;
- b) papel filtro con tamaño de poro medio;
- c) trozos de papel filtro o algodón;
- d) embudo Büchner y matraz kitazato;
- e) probeta graduada de 1 L con divisiones de al menos 10 mL;
- f) pinzas, y
- g) desecador.

7 EQUIPO

- a) Equipo de extracción por recirculación del solvente;
- b) bomba de vacío u otra fuente de vacío;
- c) horno de secado capaz de mantener $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$; u otro dispositivo;
- d) balanza analítica calibrada, con una resolución de 0,1 mg;
- e) parrilla o manta de calentamiento, y
- f) se permite el uso de equipos comerciales automatizados para la extracción.

8 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 8.1** De la superficie del cuerpo de agua coleccionar un volumen de aproximadamente 1 L de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha y tapa con contratapa de plástico o metálica. No se permite la colecta de una muestra compuesta. Dado que la muestra entera se ocupa en esta prueba, no se pueden tomar alícuotas de la muestra para realizar otro tipo de análisis.
- 8.2** En caso de existir la presencia de aceites emulsionados en el agua a muestrear, la muestra se toma de 20 cm a 30 cm de profundidad, en el sitio con menor turbulencia para asegurar una mayor representatividad.
- 8.3** La muestra debe preservarse por acidificación con ácido clorhídrico 1:1 ó ácido sulfúrico 1:1 a un valor de pH de dos o menor y refrigerarla de $4\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Para muestras con un pH menor de 8, generalmente es suficiente con adicionar 5 mL. Para aquellas muestras con pH superior a 8 agregar ácido concentrado para evitar la dilución de la muestra.
- 8.4** Evitar llenar el frasco completamente para evitar pérdida de grasas y aceites.
- 8.5** El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 30 días.

9 CONTROL DE CALIDAD

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).

10 PROCEDIMIENTO

- 10.1** Medir el pH de las muestras el cual debe ser de dos o menor, si no tiene este valor acidifique con ácido clorhídrico 1:1 o ácido sulfúrico 1:1.
- 10.2** Para muestras con un pH menor de 8, generalmente es suficiente con adicionar 5 mL de ácido clorhídrico 1:1 ó 2 mL de ácido

sulfúrico 1:1; para aquellas muestras con pH superior a 8 agregar ácido concentrado para evitar la dilución de la muestra.

- 10.3** Preparar los matraces de extracción introduciéndolos al horno a una temperatura de $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, enfriar en desecador y pesarlos, repetir el procedimiento hasta obtener una diferencia de $\leq 0,0005\text{ g}$ en dos ciclos consecutivos; para los cálculos utilizar el último valor de la masa.
- 10.4** Preparar el material filtrante colocando un papel filtro en el embudo Büchner, colocar el embudo en un matraz Kitazato y agregar 100 mL de la suspensión de tierra de diatomeas-sílice sobre el filtro, aplicar vacío y lavar con al menos 100 mL de agua.
- 10.5** Transferir el total de la muestra acidificada al embudo Büchner preparado, aplicando vacío hasta que cese el paso de agua. Para determinar el volumen inicial de la muestra vierta el filtrado en una probeta de 1 L.
- 10.6** Con ayuda de unas pinzas, transferir el material filtrante a un cartucho de extracción. Limpiar las paredes internas del embudo y el frasco contenedor de la muestra, así como la contratapa del frasco con trozos de papel filtro o algodón previamente impregnados de disolvente (hexano), tener cuidado en remover la película de grasa y los sólidos impregnados sobre las paredes; colocar los trozos de papel o algodón en el mismo cartucho.
- 10.7** Secar el cartucho en el horno a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, por un período de 30 minutos mínimo; transcurrido este período colocar en el equipo de extracción.
- 10.8** Adicionar el volumen adecuado de hexano al recipiente de extracción previamente puesto a masa constante y preparar el equipo de extracción. Evitar tocar con las manos el cartucho y el recipiente de extracción, para ello utilizar pinzas o guantes de látex.
- 10.9** Colocar el equipo de extracción sobre la parrilla de calentamiento, controlar la temperatura del reflujo y extraer a una velocidad de 20 ciclos/hora durante un período de 4 h, el cual se contabiliza a partir del primer reflujo del n-hexano en el equipo de extracción.

- 10.10** Una vez terminada la extracción recuperar la mayor cantidad del disolvente y evaporar el remanente.
- 10.11** El recipiente de extracción libre de disolvente se coloca en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.
- 10.12** Pesarse el recipiente de extracción y por diferencia de masa medir las grasas y aceites recuperables.
- 10.13** Analizar una muestra control de calidad (la cual fue preparada como se indica en el capítulo 5) y un blanco de reactivo, bajo las mismas condiciones de la muestra.

11 CÁLCULOS

- 11.1** Calcular las grasas y aceites recuperables (GYA) en la muestra usando la siguiente ecuación:

$$GYA = \frac{(m_f - m_i)}{V_m} - \text{Blanco}$$

Donde:

GYA las grasas y aceites recuperables, en mg/L;

m_f es la masa del recipiente de extracción con el residuo, en mg;

m_i es el valor de la masa constante del recipiente de extracción vacío, en mg;

V_m es el volumen de la muestra, en L, y

Blanco es el valor del blanco de reactivo, en mg/L.

- 11.2** Reportar los resultados del análisis, en mg/L

En caso de requerir reportar la media ponderada de grasas y aceites el laboratorio deberá calcular ésta, en función del caudal de las n muestras simples tomadas.

12 INTERFERENCIAS

- 12.1 Los hexanos tienen la facilidad de disolver no solamente las grasas y aceites minerales y vegetales, sino también otras sustancias como azufre elemental, tintes y otros compuestos orgánicos.
- 12.2 Existen pérdidas importantes de hidrocarburos de cadena corta y aromáticos simples con puntos de ebullición menores a 150 °C.
- 12.3 Puede obtenerse interferencia positiva durante el secado del residuo debido a la adsorción de humedad si no se utiliza un desecador.

13 SEGURIDAD

- 13.1 No ha sido determinada la carcinogenicidad de todos los reactivos con precisión, por lo que cada sustancia química debe tratarse como peligro potencial a la salud. La exposición a estas sustancias debe reducirse al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice monitoreos de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados se encuentren a su disposición.
- 13.2 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.
- 13.3 El ácido clorhídrico concentrado puede ser nocivo si se inhala, ingiere o entra en contacto con la piel. Puede causar irritación en las mucosas y en las vías respiratorias altas. Una exposición prolongada o repetida puede causar reacciones alérgicas en individuos sensibles.
- 13.4 Mientras se trabaje con cualquiera de los reactivos químicos descritos en este método, deberá usarse: bata, mascarilla contra

disolventes, lentes de protección y guantes de protección apropiados a la actividad que se esté realizando.

14 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.

- 14.1 El hexano se puede reciclar en el laboratorio o con un prestador de este tipo de servicios autorizado.

15 VIGENCIA

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

16 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-001-SEMARNAT-1996 Que establece los límites máximo permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales y bienes nacionales. Publicada en el Diario Oficial de la Federación en 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-3-1980 Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.
- NMX-AA-14-1980 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.

- Método 5520 D Soxhlet Extraction Method. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, USA, American Public Health Association (APHA), Washington, DC 20005, 22th Edition 2012, pp 5-42,43.

- Método 1664A N-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry Environmental Protection Agency 1999.

- Criterios Ecológicos de Calidad del Agua, publicados en el Diario Oficial de la Federación el 13 de diciembre de 1989.



17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna Norma Internacional por no existir Norma Internacional sobre el tema tratado.

México D.F., a 11 de abril de 2014.

**LIC. ALBERTO ULISES ESTEBAN MARINA
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**