

NMX-AA-099-SCFI-2006

**ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE
NITRITOS EN AGUAS NATURALES Y RESIDUALES –
MÉTODOS DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-099-1987)**

**WATER ANALYSIS – DETERMINATION OF NITROGEN FROM
NITRITES IN NATURAL AND WASTE WATERS – TEST METHOD**

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes asociaciones, cámaras, dependencias, laboratorios privados, instituciones de educación superior e institutos de investigación:

- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASESORÍA TECNOLÓGICA EN CUERO Y CALZADO, A.C. (CIATEC)
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
Departamento de Análisis Químico.
- CENTRO DE SERVICIOS QUÍMICOS. CARLOS GERARDO ZAVALA PORTO Y COPROPIETARIOS
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN FEDERAL DE ELECTRICIDAD
Gerencia de Centrales Nucleoeléctricas de la Central Laguna Verde.
Jefatura de Ingeniería Ambiental.
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- EARTH TECH MÉXICO, S.A. DE C.V.
- ECCACIV, S.A. DE C.V.

- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica - Dirección Técnica.
Secretaría de Obras y Servicios. Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica.
Secretaría del Medio Ambiente. Dirección General de Regulación y Vigilancia Ambiental.
- 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
Sección de Análisis Físicoquímicos de Aguas.
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas. Central de Instrumentación.
- INTEMA, S.A. DE C.V.
- 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 DEL GRUPO MICROANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL "JORGE ENRIQUE SANTOYO MARTÍNEZ"
- LABORATORIOS ABC, QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.

- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PEMEX REFINACIÓN REFINERÍA "ING. HÉCTOR R. LARA SOSA"
Superintendencia de Química. Laboratorio Central.
- PERKIN ELMER DE MÉXICO, S.A.
- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.
Laboratorio de Control Ambiental.
- PETROQUÍMICA COSOLEACAQUE, S.A. DE C.V.
Superintendencia de Control Químico.
- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.
Laboratorio de Ecología.
- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.
Laboratorio de Ecología.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- REFINERÍA "ING. ANTONIO DOVALÍ JAIME"
Superintendencia de Química.
- SECRETARÍA DE SALUD
Dirección General de Promoción de la Salud.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.
Laboratorio Central de Calidad de Aguas.
- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL (SICA)
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO
Facultad de Química.

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA AZCAPOTZALCO
División de Ciencias Básicas e Ingeniería - Coordinación de la
Licenciatura de Química.

- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química.
Instituto de Biología. Laboratorio de Hidrobiología.
Instituto de Ingeniería.

- VARIAN, S. DE R.L. DE C.V

Número de capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	2
2	Referencias	2
3	Principio del método	2
4	Definiciones	2
5	Reactivos y patrones	5
6	Equipo y materiales	9
7	Recolección, Preservación y Almacenamiento de Muestras	9
8	Control de Calidad	10
9	Calibración	10
10	Procedimiento	11
11	Cálculos	13
12	Interferencias	13
13	Seguridad	14
14	Manejo de residuos	14
15	Bibliografía	15
16	Concordancia con normas internacionales	15

SECRETARIA DE
ECONOMIA**ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE
NITRITOS EN AGUAS NATURALES Y RESIDUALES –
MÉTODOS DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-099-1987)****WATER ANALYSIS – DETERMINATION OF NITROGEN FROM
NITRITES IN NATURAL AND WASTE WATERS – 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

Esta norma mexicana especifica un método de prueba espectrofotométrico para la determinación de nitrógeno de nitritos, en agua natural, residual y residual tratada, en un intervalo de 0,01 mg/L a 1 mg/L de N-NO₂.

2 REFERENCIAS

Esta norma mexicana se complementa con la siguiente norma oficial mexicana vigente o la que la sustituya:

NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

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

El sistema de unidades utilizado en la presente norma debe cumplir con lo establecido en la norma oficial mexicana NOM-008-SCFI (ver 2 Referencias).

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma se establecen las siguientes definiciones:

4.1 Aguas naturales

Agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, de tormenta residual y superficial.

4.2 Aguas residuales

Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

4.3 Bitácora

Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se llevó a cabo.

4.4 Blanco analítico o de reactivos

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

4.5 Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

4.6 Disolución estándar

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

4.7 Disolución madre

Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

4.8 Medición

Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

4.9 Patrón (de medición)

Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

4.10 Patrón primario

Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

4.11 Patrón secundario

Patrón cuyo valor es establecido por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.

4.12 Patrón de referencia

Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

4.13 Patrón de trabajo

Patrón que es usado rutinariamente para calibrar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia.

4.14 Precisión

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre:

$$x = \bar{x} \pm t_{\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

donde:

\bar{x}	es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
$t_{\alpha/2}$	se debe emplear el valor de la t de Student para un nivel de significancia del 95%;
s	es la desviación estándar de la muestra;
n	es el número de réplicas, y
\bar{x}	es el rResultado que incluye el intervalo de confianza.

5 REACTIVOS Y PATRONES

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

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:

Resistividad: megohm-cm a 25 °C: 0,2 Mín.

Conductividad: $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 °C: 5,0 Máx.

pH: 5,0 a 8,0

5.1 Hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado.

5.2 Suspensión clarificadora de hidróxido de aluminio.

Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio ($\text{AlK}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) ó de sulfato de aluminio y amonio ($\text{AlNH}_4(\text{SO}_4) \cdot 2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) en 1 L de agua.

Calentar a 60 °C y adicionar 5 mL de NH_4OH concentrado (5.1) lentamente con agitación, dejar que la mezcla repose 3 h y decantar. Lavar el precipitado con adiciones sucesivas de agua destilada con mezclado manual y decantación hasta que se encuentre libre de olores amoniacales. Decantar la mayor cantidad posible de agua y almacenar la suspensión concentrada, en un frasco herméticamente cerrado.

5.3 Disolución de Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1N

Diluir 30 mL de H_2SO_4 concentrado y llevar a volumen de 1 000 mL con agua.

5.4 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH) 1N

Pesar 40 g de NaOH, disolverlos y llevar a volumen de 1 000 mL con agua.

5.5 Ácido clorhídrico. (HCl) concentrado

5.6 Disolución de sulfanilamida ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$); 4 aminobencensulfonamida

Disolver 5,0 g de sulfanilamida en una mezcla de 50 mL de HCl (5.5) y 300 mL de agua, y llevar a volumen de 500 mL con agua. La disolución es estable por varios meses debe de almacenarse en frasco ámbar y en refrigeración a $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

5.7 Disolución de diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH-CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$), NEDA

Disolver 500 mg de NEDA y llevar a volumen de 500 mL con agua, almacenar en frasco ámbar y poner en refrigeración a $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. Renovar la disolución mensualmente o si aparece un color café intenso. Precaución: este reactivo es tóxico. Debe evitarse su ingestión o contacto con la piel.

5.8 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

5.9 Disolución de oxalato de sodio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,05 N (Patrón primario)

Secar aproximadamente 6 g de ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) a 105°C por lo menos 1 h; pesar 3,35 g disolver y llevar al volumen de 1 000 mL con agua.

5.10 Disolución de permanganato de potasio (KMnO_4) 0,05 N

Disolver 1,60 g (de KMnO_4) y llevar al volumen de 1 000 mL con agua, almacenarlo en frasco ámbar.

Valoración de la disolución.

Medir 25 mL de la disolución de oxalato de sodio (5.9) agregar 10 mL de (H_2SO_4) concentrado (5.8) calentar a 80°C , titular con la disolución de (KMnO_4) hasta la obtención de un color rosa tenue estable por 30 s.

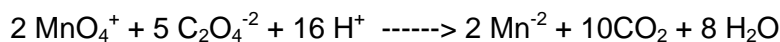
Calcular la concentración de (KMnO_4) (N1) con la siguiente ecuación:

$$N1 = \frac{V2 \times N2}{V1}$$

donde:

- V1 es el volumen de la disolución de (KMnO₄) gastado en la titulación, en mL;
- V2 es el volumen de la disolución de (Na₂C₂O₄) (0,05N) empleado para la titulación, en mL, y
- N2 es la concentración de la disolución (Na₂C₂O₄) (0,05N).

NOTA.- Para simplicidad de los cálculos, la concentración de las disoluciones se expresa como normalidad (N); la equivalencia con la concentración molar (mol/L) empleada en el Sistema Internacional de Unidades debe involucrar la estequiometría de la reacción de óxido-reducción que se realiza.



5.11 Disolución madre de nitritos (250 mg/L)

Secar aproximadamente 5 g de nitrito de sodio (NaNO₂) por lo menos 2 h a 105°C; pesar 1,232 0 g de este reactivo, disolverlo y llevar a volumen de 1 000 mL con agua. Preservar con 1 mL de cloroformo. 1,0 mL = 250 µg de N-NO₂.

Valoración de la disolución.

Tomar 50 mL de la disolución de (KMnO₄) (5.10); transferir a un matraz erlenmeyer de 250 mL, agregar 5 mL de H₂SO₄ concentrado (5.8) y 50 mL de la disolución madre de nitritos de tal forma que la pipeta descargue bajo la superficie de la disolución en el matraz, agitar y calentar hasta 80 °C, titular con la disolución de oxalato de sodio (5.9) hasta decoloración, retitular el exceso de oxalato con la disolución de KMnO₄ (5.10) hasta la obtención de un color rosa tenue estable por 30 s. Calcular la concentración de la disolución madre de nitritos (Co) en mg/L con la siguiente ecuación:

$$C_o = \frac{[(V1 \times N1) - (V2 \times N2)](7) 1000}{V3}$$

donde:

N1	es la concentración de la disolución de KMnO_4 (0,05N);
N2	es la concentración de la disolución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,05N);
V1	es el volumen de la disolución de KMnO_4 adicionado para la valoración de 50 mL más el volumen empleado en la retitulación;
V2	es el volumen de la disolución de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ gastado en la valoración en mL;
V3	es el volumen de la disolución madre de nitritos que se valora (50 mL);
7	es el peso equivalente del nitrógeno, y
1 000	es el factor de conversión.

5.12 Disolución intermedia de nitritos (50 mg/L)

Calcular el volumen (V) de la disolución madre de nitritos (5.11) de manera que la alícuota contenga 12,5 mg de nitrógeno de nitritos, requerido para la disolución intermedia por medio de la siguiente ecuación.

$$V = \frac{12,5}{C_o}$$

donde :

C_o es la concentración de la disolución madre de nitritos en mg/L.

Medir el volumen calculado (V) (aproximadamente 50 mL) de la disolución madre de nitritos (5.11), diluir y llevar a volumen de 250 mL con agua. 1 mL = 50 μg de N- NO_2 .

5.13 Disolución patrón de nitritos (0,5 mg/L.)

Diluir 10 mL de la disolución intermedia de nitritos (5.12) y llevar a volumen de 1 000 mL con agua.

$$1 \text{ mL} = 0,5 \mu\text{g de N-NO}_2$$

NOTA.- Esta disolución debe ser preparada momentos antes de utilizarse.

6 EQUIPO Y MATERIALES

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

- 6.1 Equipo
 - 6.1.1 Espectrofotómetro o fotocolorímetro con filtro para leer a 543 nm, con celdas de paso de luz de 1 cm a 10 cm.
 - 6.1.2 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
 - 6.1.3 Balanza granataria con precisión de 0,1 g.
 - 6.1.4 pHmetro.
- 6.2 Materiales

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

- 6.2.1 Frasco de polietileno o vidrio con tapa de 2 L de capacidad.
- 6.2.2 Membrana filtrante de 0,45 μm .
- 6.2.3 Filtros de fibra de vidrio con diámetro de poro de 0,7 μm
- 6.2.4 Papel filtro de poro medio.
- 6.2.5 Electrodo combinado de vidrio.

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 $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 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 $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 7.3 Las muestras congeladas a -10°C pueden conservarse máximo 48 h antes de ser analizadas.

8 CONTROL DE CALIDAD

8.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de control de calidad (CC) formal.

8.2 Es obligatorio para el laboratorio mantener los siguientes registros:

- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis.
- Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
 - a) Identificación de la muestra
 - b) Fecha del análisis
 - c) Procedimiento cronológico utilizado
 - d) Cantidad de muestra utilizada
 - e) Número de muestras de control de calidad analizadas
 - f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición
 - g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados
 - h) Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

De tal forma que permita a un evaluador externo reconstruir cada determinación mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.

9 CALIBRACIÓN

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

- 9.1 Balanza analítica.
- 9.2 Espectrofotómetro.
- 9.3 pHmetro.

10 PROCEDIMIENTO

10.1 Pretratamiento de la muestra

La muestra debe estar libre de turbiedad y color, para lograr esto, filtrarla a través de membranas de 0,45 µm de poro, filtros de fibra de vidrio de 0,7 µm de poro o adicionar 2 mL o la cantidad necesaria de suspensión clarificadora (5.2) según sea el caso, a aproximadamente 100 mL de muestra con agitación y filtrarla a través de papel de poro medio. Si existe color en la muestra continuar con el procedimiento y efectuar la corrección por color establecida en 10.8.

Neutralizar el filtrado a un pH aproximado de 7,0 con H₂SO₄ 1N (5.3) o NaOH 1N (5.4)

10.2 Porción de muestra

De la disolución obtenida en 10.1 tomar una porción de muestra, dependiendo del contenido esperado de nitritos según la tabla No. 1

TABLA 1.- Selección del volumen de muestra

Cantidad de nitrógeno de nitritos en la muestra (mg / L)	Volumen de muestra necesario (mL)
0,05	50
0,10	25
0,50	10
1,00	5

10.3 Con una pipeta volumétrica tomar 50 mL de la muestra o lo que indica la tabla y transferirla a un matraz Erlenmeyer o tubo Nessler. En caso de realizar diluciones, tomar el volumen de muestra con pipeta volumétrica y depositarlo en un matraz volumétrico de 50 mL, llevar a la marca de aforo con agua y posteriormente vertir el contenido en un matraz Erlenmeyer o tubo Nessler. En donde se llevará al cabo el desarrollo del color.

- 10.4 Adicionar 1 mL de la disolución de sulfanilamida (5.6), y agitar varias veces. Permitir que la mezcla reaccione de 2 min a 8 min.
- 10.5 Adicionar 1 mL de NEDA (5.7), y agitar varias veces, revisar que el pH esté entre 1,9 y 2,5
- 10.6 Dejar reposar por lo menos 10 min pero no más de 1 h, la presencia de nitritos desarrolla una coloración púrpura.
- 10.7 Leer la absorbancia a 543 nm.
- 10.8 Corrección por color.

Si el color de la muestra pretratada persiste, puede interferir con la medición de la absorbancia. Tratar otro volumen igual de muestra como se describe en 10.2. En lugar de agregar las soluciones de sulfanilamida y NEDA, adicionar 1 mL de HCl al 10 % y leer la absorbancia.

Corregir la absorbancia de la muestra por medio de la ecuación :

$$A = A_m - A_b - A_c$$

donde :

- A es la absorbancia corregida;
A_m es la absorbancia de la muestra determinada;
A_b es la absorbancia del blanco, y
A_c es la absorbancia de la muestra empleada para corrección, de color. En caso de muestras incoloras A_c=0.

- 10.9 Curva de calibración

En matraces volumétricos de 50 mL preparar una serie de al menos cinco patrones que contengan 1,0 µg de N-NO₂, 2,0 µg de N-NO₂, 3,0 µg de N-NO₂, 4,0 µg de N-NO₂, 5,0, µg de N-NO₂ a partir de la disolución patrón de nitritos (5.13) llevar a la marca con agua y proseguir como en (10.4, 10.5, 10.6 y 10.7)

- 10.10 Blanco: Llevar un blanco durante todos los pasos del método ya sea cuando se prepare curva de calibración o cuando se analicen muestras.

11 CÁLCULOS

Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación de la recta que se obtiene de las curvas de calibración empleando la siguiente ecuación:

$$y = mX + b$$

donde :

y es la absorbancia de la muestra;
m es la pendiente, y
b es la ordenada al origen.

Despejar X que serán μg de N-N02 . Para calcular la concentración de la muestra tomar en cuenta los factores de dilución que se realicen.

11.1 Reportar los resultados como mg/L de N-N02.

12 INTERFERENCIAS

12.1 Por su propiedad de precipitación en las condiciones de la prueba interfieren los iones siguientes: férrico (Fe^{3+}), mercuroso (Hg^+), plata (Ag^+), bismuto (Bi^+), antimonioso (Sb^{3+}), plomo (Pb^{2+}), aúrico (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.- Se recomienda emplear matrices fortificadas para verificar las interferencias.

13 SEGURIDAD

- 13.1 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 éste 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.
- 13.2 Los ácidos y bases concentradas empleados en este método pueden causar severas quemaduras e irritaciones en la piel, por lo que debe utilizarse ropa protectora tal como: batas, guantes y lentes de seguridad cuando se manejan estos compuestos químicos.
- 13.3 El hidróxido de sodio en contacto con los ojos o piel, puede causar severa irritación o quemaduras. La inhalación de vapores puede causar tos, dolor en el pecho, dificultad para respirar o estado de inconsciencia.
- 13.4 La preparación de todos los reactivos usados en este método debe realizarse bajo una campana de extracción. Consultar las hojas de seguridad sobre manipulación y disposición de éstos.
- 13.5 Cuando se trabaje con cualquiera de los compuestos químicos descritos en este método, debe usarse todo el tiempo equipo de seguridad tal como: guantes de látex, bata de laboratorio así como anteojos de seguridad.

14 MANEJO DE RESIDUOS

Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referente al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

- 14.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su Programa de Control de Calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- 14.2 Los desechos ácidos se deben neutralizar para su posterior desecho.
- 14.3 Todas las muestras que cumplan con la Norma de descarga a alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

15 BIBLIOGRAFÍA

- 15.1 Ley Aguas Nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1° de diciembre de 1992.
- 15.2 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.
- 15.3 NMX-AA-099-1987 Protección al ambiente - Calidad del agua - Determinación de nitrógeno de nitritos en agua. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 11 de febrero de 1987.
- 15.4 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.
- 15.5 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 20th Edition 1998, 4500-NO2- B Colorimetric Method.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México D.F., a

MIGUEL AGUILAR ROMO
DIRECTOR GENERAL

RCG/OMF/DLR.