



NORMA MEXICANA

NMX-AA-154-SCFI-2011

**ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE
NITRITOS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES,
RESIDUALES TRATADAS Y MARINAS– MÉTODO DE PRUEBA.**

**WATER ANALYSIS – DETERMINATION OF NITROGEN FROM
NITRITES IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS, TREATED
WASTEWATERS AND SEA WATERS – 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.
- 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
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE SERVICIOS CLÍNICOS Y ANÁLISIS TOXICOLÓGICOS S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SERVICIOS AMBIENTALES
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.
Laboratorio Central de Calidad de Aguas
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA,
UNIDAD IZTAPALAPA
División de Ciencias Biológicas y de la Salud,
Ciencia y Tecnología Ambiental,



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-AA-154-SCFI-2011

Depto. Biotecnología
UNIDAD AZCAPOTZALCO
Depto. de Ciencias Básicas,
Área de Química

- UNIVERSIDAD DEL NORESTE, A.C.
UNELAB - Centro multidisciplinario de servicios ambientales y de alimentos

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

INDICE DEL CONTENIDO

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



NORMA MEXICANA

NMX-AA-154-SCFI-2011

ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE NITRITOS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES, RESIDUALES TRATADAS Y MARINAS– MÉTODO DE PRUEBA.

WATER ANALYSIS – DETERMINATION OF NITROGEN FROM NITRITES IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS, TREATED WASTEWATERS AND SEA 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 proteicos. 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 disolución 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 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 NO_2 .

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El compuesto diazonio formado por la diazotización de sulfanilamida con nitritos en el agua bajo condiciones ácidas es copulado con diclorhidrato N-(1-Naftil) etilendiamina para producir un color púrpura-rojizo que se mide espectrofotométricamente a 540 nm ó 543 nm.

3 REFERENCIAS

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

- | | |
|-------------------------|---|
| -NMX-AA-089/1-SCFI 2010 | Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 3 de marzo de 2011. |
| -NMX-AA-089/2-1992 | Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 2. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 24 de marzo de 1992. |
| -NMX-AA-115-SCFI-2001 | Análisis de agua.- Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001. |

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de 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:

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 público urbano, doméstico, industrial, comercial, de servicios, agrícola, pecuario, de las plantas de tratamiento y en general, de cualquier uso, así como la mezcla de ellas.

5 EQUIPO Y MATERIALES

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

5.1 Equipo

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

5.1.2 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

5.2 Materiales

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

5.2.1 Membrana filtrante de 0,45 μm .

5.2.2 Filtros de fibra de vidrio con diámetro de poro de 0,7 μm

5.2.3 Papel filtro de poro medio.

6 REACTIVOS Y PATRONES

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

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

- 6.1** Ácido clorhídrico. (HCl) concentrado
- 6.2** Sulfanilamida ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$)
- 6.3** Diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH-CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$),
NEDA
- 6.4** Acetato de sodio ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
- 6.5** Nitrito de sodio (NaNO_2)
- 6.6** Disolución de Ácido clorhídrico (HCl) 1:3
Diluir 10 mL de HCl y 30 mL de agua
- 6.7** Reactivo de color-buffer: A 250 mL de agua destilada añadir 105 mL de
de ácido clorhídrico concentrado (6.1), 5,0 g de sulfanilamida (6.2) y
0,5 g de diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina (6.3). Agitar hasta
disolver. Añadir 136 g de acetato de sodio (6.4) y agitar hasta disolver.
Diluir a 500 mL con agua destilada. Esta disolución es estable por
varias semanas si se almacena en la oscuridad y en refrigeración.
- 6.8** Disolución de referencia madre de concentración de masa $\gamma(\text{NO}_2^-) = 100$
mg/L de NO_2^- .
- Pesar 0,1493 g de nitrito de sodio (NaNO_2), (6.5) previamente
desechado 24 h en un desecador y disolver en agua y llevar a volumen
de 1 L. Preservar con 2 mL de cloroformo por litro. 1,0 mL = 0,10 mg
de NO_2^- .
- NOTA 1:** Utilizar un material de referencia de NO_2^- cuando aplique.
Esta disolución está disponible comercialmente.
- 6.9** Disolución de referencia de trabajo de nitritos de concentración de
masa $\gamma(\text{NO}_2^-) = 1$ mg/L de NO_2^- .
- Diluir 10 mL de la disolución de referencia madre (6.8) a 1 L. 1,0 mL =
0,001 mg de NO_2^-
- 7** **RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE
MUESTRAS**

- 7.1** Las muestras deben ser colectadas y conservadas en frascos de vidrio o polietileno, en refrigeración.
- 7.2** La medición debe realizarse máximo 48 h posteriores a su recolección.

8 CALIBRACIÓN

8.1 Curva de calibración

En matraces volumétricos de 50 mL preparar la siguiente serie de disoluciones de materiales de referencia que contengan de 0,01 mg/L a 0,20 mg/L de NO_2^- a partir de la disolución referencia de trabajo de nitrito de concentración de masa $\gamma(\text{NO}_2^-) = 1 \text{ mg/L}$ de NO_2^- (6.9) llevar a la marca con agua y proseguir como en (9.3, 9.4)

TABLA 1: Ejemplo de curva de calibración.

Disolución de referencia (6.9) de concentración de masa $\gamma(\text{NO}_2^-) = 1 \text{ mg/L}$ de NO_2^- mL	Concentración de masa final de $\gamma(\text{NO}_2^-)$ en mg/L de NO_2^- cuando se diluye a 50 mL
0,0	Blanco
0,5	0,01
1,0	0,02
1,5	0,03
2,0	0,04
3,0	0,06
4,0	0,08
5,0	0,10
10,0	0,20

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Pretratamiento de la muestra

Si es necesario filtrar la muestra a través de filtros de membrana de $0,45 \mu\text{m}$ según aplique.

Para evaluar el efecto del color y turbidez de la muestra, que no haya desaparecido con la filtración, debe prepararse un blanco de muestra. Este debe prepararse de

igual forma que la muestra pero adicionar 2 mL de la disolución de HCl 1:3 (6.6) en lugar del reactivo de color-buffer (6.7), la absorbancia del blanco de muestra se resta a la absorbancia de la muestra.

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

9.2 Porción de muestra

Tomar 50 mL de muestra previamente tratada (9.1) cuando aplique, o una alícuota y diluir a 50 mL en un matraz volumétrico.

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

9.4 Leer la absorbancia a 540 nm ó 543 nm.

NOTA 2: Seguir las instrucciones del fabricante del equipo en cuanto a la resta automática del blanco de ensayo.

NOTA 3: Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad en referencia a la norma NMX-AA-115-SCFI-2001, vigente.

10 CÁLCULOS

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

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

Donde:

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

Considerar el empleo de los 52 mL de volumen final para la realización de los cálculos, ya que si el volumen de la muestra está en 50 mL y posteriormente se

realiza la adición de los 2 mL del reactivo color-buffer no provocará ningún factor de dilución. Lo anterior siempre y cuando tanto las disoluciones de referencia de la curva de calibración y las muestras sean procesadas de la misma forma.

10.2 El resultado obtenido de la ecuación refiere a mg/L de NO_2^- y la norma requiere reportar nitrógeno de nitrito como N, por lo tanto utilizar la siguiente ecuación para efectuar la conversión:

$$\gamma (N - \text{NO}_2) = \gamma (\text{NO}_2^-) \cdot \left(\frac{\text{Ar}(N)}{\text{Ar} \cdot (\text{NO}_2^-)} \right)$$

Donde:

$\gamma (N - \text{NO}_2)$ = Concentración de masa del nitrógeno de nitritos como N en mg/L

$\gamma (\text{NO}_2^-)$ = Concentración de masa de nitritos en mg/L

$\text{Ar}(N)$ = 14 (masa atómica de nitrógeno)

$\text{Ar} (\text{NO}_2^-)$ = 46 (masa molecular de nitritos)

11 INTERFERENCIAS

11.1 Se conocen muy pocas interferencias a concentraciones de nitritos menores a 1000 veces; sin embargo la presencia de oxidantes o reductores fuertes en las muestras afectaran rápidamente las concentraciones de nitritos. Alta alcalinidad (>600 mg/L) dará bajos resultados debido a un cambio en el pH.

12 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**.

13 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.



14 **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.

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