CDU: 543.3:661.185
CANCELA A LAS
NMX-AA-039-1980

NMX-AA-039-SCFI-2001

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

ANÁLISIS DE AGUAS - DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS ACTIVAS AL AZUL DE METILENO (SAAM) EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-039-1980)

WATERS ANALYSIS - DETERMINATION OF METHYLENE BLUE ACTIVE SUBSTANCES IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Los tensoactivos entran en las aguas limpias y residuales principalmente por descarga de residuos acuosos del lavado doméstico e industrial de ropa y otras operaciones de limpieza. Un tensoactivo combina en una sola molécula un grupo hidrófobo con uno hidrófilo. Dichas moléculas tienden a congregarse en las interfases entre el medio acuoso y las otras fases del sistema, como aire, líquidos oleosos y partículas, impartiendo por tanto propiedades tales como formación de espuma, emulsificación y suspensión de partículas.

La mayoría de los tensoactivos de las aguas residuales domésticas se combinan con cantidades proporcionales de las partículas adsorbidas. En las aguas la concentración de tensoactivos suele ser inferior a 0,1 mg/L excepto en las proximidades de una desembocadura u otra fuente de entrada puntual. Un alto contenido de detergentes en agua puede provocar formación de espuma, toxicidad para la vida acuática y crecimiento desmesurado de la flora acuática por el aporte de fosfatos.

El método del azul de metileno puede emplearse para estudios de monitoreo de biodegradabilidad pero no puede diferenciar entre los dos tipos de cadenas de sulfonato de alquilbenceno.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de análisis para la determinación de sustancias activas al azul de metileno en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El principio de este método se basa en la formación de un par iónico extractable en cloroformo de color azul por la reacción del azul de metileno catiónico y un tensoactivo aniónico incluyendo al sulfonato de alquilbenceno lineal, otros sulfonatos y ésteres de sulfonatos. La muestra se acidifica y se mezcla con una disolución de azul de metileno. El par iónico hidrofóbico que se forma se extrae con cloroformo. Los extractos de cloroformo son lavados con una disolución ácida para remover los pares iónicos menos hidrófobos (con coeficientes de partición bajos) que pueden formarse por sustancias que interfieren potencialmente. El cloroformo retiene los pares iónicos altamente hidrófobos. La intensidad del color azul presente en la fase orgánica se mide espectrofotométricamente a una longitud de onda de 652 nm y es proporcional a la cantidad de surfactantes aniónicos presentes en la muestra.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Aguas naturales

Se define como agua natural el agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, residual y superficial.

3.2 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.

3.3 Análisis de blanco analítico

Es el someter una alícuota de agua reactivo a todo el proceso de análisis por el cual pasa una muestra real. Los laboratorios deben realizar los análisis de blancos para corregir la señal de fondo del sistema de medición. El análisis de blancos se realizará en forma periódica o con cada lote de muestras según lo requiera el método.

3.4 Bitacora

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.

3.5 Blanco

Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.

3.6 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.

3.7 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.

3.8 Descarga

Acción de verter, infiltrar o depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la Nación.

3.9 Desviación estándar experimental

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, es la magnitud *s* que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

En donde x_i es el resultado de la i-ésima medición y $\bar{x}$ es la media aritmética de los n resultados considerados.

3.10 Disolución estándar

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

3.11 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.

3.12 Exactitud

Proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero del mensurando.

3.13 Límite de cuantificación del método (LCM)

Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

3.14 Límite de detección del método (LDM)

Es la mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

3.15 Material de referencia

Material o substancia en el cual uno o mas valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración

de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

3.16 Material de referencia certificado

Material de referencia, acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

3.17 Medición

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

3.18 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

3.19 Muestra compuesta

La que resulta de mezclar un número de muestras simples. Para conformar la muestra compuesta, el volumen de cada una de las muestras simples deberá ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.

3.20 Muestra simple

La que se tome en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente el o los procesos más representativos de las actividades que generan la descarga, durante el tiempo necesario para completar cuando menos, un volumen suficiente para que se lleven a cabo los análisis necesarios para conocer su composición, aforando el caudal descargado en el sitio y en el momento de muestreo.

3.21 Parámetro

Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua.

3.22 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.

3.23 Patrón nacional (de medición)

Patrón reconocido por una decisión nacional en un país, que sirve de base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

3.24 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.

3.25 Patrón secundario

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

3.26 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.

3.27 Patrón de trabajo

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

3.28 Precisión

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes allícuotas 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;
$t_{\alpha/2}$ es 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
x es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

3.29 Trazabilidad:

Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

3.30 Verificación de la calibración

Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

4 EQUIPO Y MATERIALES

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

4.1 Equipo

4.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

4.1.2 Espectrofotómetro. Disponible para utilizarse de 190 a 900 nm y equipado con celdas de 1 cm de paso óptico de luz.

4.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser clase A con certificado o en su caso debe estar calibrado.

Acondicionamiento del material de vidrio:

NOTA.- Todo el material de vidrio que es usado para la determinación de SAAM debe estar libre de rayaduras y marcas de corrosión dada la tendencia de las superficies activas de los materiales a adsorber este tipo de sustancias. El material debe ser lavado con estrán o tensoactivos que no interfieran en la prueba.

5 REACTIVOS Y PATRONES

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

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad, megohm-cm a 25ºC: 0,2 min; b) Conductividad, μS/cm a 25ºC: 5,0 Máx. y c) pH: 5,0 a 8,0.

5.1 Cloroformo ($CHCl_3$)

5.2 Sulfonato de alquilbenceno lineal (SAL)

5.3 Azul de metileno

5.4 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

5.5 Fosfato de sodio dihidrogenado monohidratado ($NaH_2PO_4 \bullet H_2O$)

5.6 Fenolftaleína

5.7 Fibra de vidrio. Prelavada con cloroformo

5.8 Hidróxido de sodio (NaOH)

5.9 Alcohol etílico (CH_3CH_2OH)

5.10 Disolución patrón de sulfonato de alquilbenceno Lineal (1,0 mL= 1,0 mg SAL). Pesar la cantidad del material de referencia necesario para proveer el equivalente de 1,00 g de SAL (ver inciso 5.2) en una base activa al 100 %. Disolver en agua y aforar a 1 L, mezclar suavemente para prevenir la formación de espuma. Registrar el peso molecular del material de referencia SAL. La disolución patrón puede almacenarse sin deteriorarse a 4ºC en la obscuridad durante 12 meses en un frasco bien cerrado.

5.11 Disolución intermedia de sulfonato de alquilbenceno lineal (1,0 mL = 0,01 mg SAL). Tomar una alícuota de 10 mL con pipeta volumétrica de la disolución patrón (ver inciso 5.10) libre de espuma y aforar a 1 L con agua, que ha sido previamente ajustada a un pH 2 con ácido sulfúrico (ver inciso 5.4), y mezclar. La disolución estándar puede guardarse sin deteriorarse a 4ºC en la obscuridad por lo menos durante 12 meses en un frasco bien cerrado.

5.12 Disolución de azul de metileno (30 mg/L). Pesar aproximadamente y con precisión 0,100 0 g de clorhidrato de azul de metileno (ver inciso 5.3) y diluir en 100 mL de agua. Transferir 30 mL de esta disolución a un matraz volumétrico de 1 L y añadir 500 mL de agua. Adicionar cuidadosamente 50 mL de la disolución de ácido sulfúrico al 14% (ver inciso 5.16) y pesar

aproximadamente y con precisión 50,0g de fosfato de sodio dihidrogenado monohidratado (ver inciso 5.5) y añadir. Agitar hasta que todo esté disuelto, aforar hasta la marca con agua y mezclar.

5.13 Disolución indicadora de fenolftaleína (5,0 g/L). Pesar aproximadamente y con precisión 0,5 g de fenolftaleína (ver inciso 5.6) y diluir en 50 mL de alcohol etílico (ver inciso 5.9), aforar a 100 mL con agua y mezclar.

5.14 Disolución de hidróxido de sodio (10 g/L). Pesar aproximadamente y con precisión 10 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.8) y diluir en agua, aforar a 1 L y mezclar.

5.15 Disolución de lavado de fosfatos (2,74 M). Pesar aproximadamente y con precisión 50,0 g de fosfato de sodio dihidrogenado monohidratado (ver inciso 5.5) y diluir en 500 mL de agua en un matraz volumétrico de 1 L. Añadir cuidadosamente 50 mL de la disolución de ácido sulfúrico (ver inciso 5.16), diluir hasta la marca con agua y mezclar. La disolución tiene un pH de aproximadamente 1,8.

5.16 Disolución de ácido sulfúrico (14% volumen por volumen). Añadir cuidadosamente 140 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.4) a 700 mL de agua fría (0 a 5ºC), aforar a 1 L con agua y mezclar.

5.17 Disolución diluida de ácido sulfúrico (0,7% volumen por volumen). Tomar una alícuota de 50 mL de la disolución de ácido sulfúrico al 14% (ver inciso 5.16), aforar a 1 L con agua y mezclar.

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

6.1 Debe tomarse un mínimo de 600 mL de muestra en un envase de polietileno. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

6.2 Debe preservarse la muestra con ácido sulfúrico concentrado hasta obtener un pH igual a 2. Posteriormente mantener a 4ºC hasta su análisis.

6.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 1 semana.

7 CONTROL DE CALIDAD

7.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.

7.2 El laboratorio debe 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, y
- 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, y
  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.

7.3 Cada vez que se adquiera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.

8 CALIBRACIÓN

Se debe contar con un registro de verificación de la calibración de los equipos y materiales siguientes:

8.1 Material volumétrico

8.2 Balanza analítica.

8.3 Espectrofotómetro. Calibrar el equipo con las instrucciones específicas del fabricante

8.4 Preparar una serie de estándares en el intervalo de 0,01 - 0,20 mg SAL, por medio de la adición de la disolución intermedia con pipetas volumétricas a una serie de embudos de separación de 500 mL, diluir los estándares a un volumen de 100 mL con agua y preparar un blanco.

ML estándar (1,0 mL = 0,01 mg SAL)	mg SAL (por 100 mL de extracto)

0,00	0,00
1,00	0,01
3,00	0,03
5,00	0,05
7,00	0,07
9,00	0,09
12,0	0,12
15,0	0,15
18,0	0,18
20,0	0,20

Se puede preparar una serie de calibración mínima de cuatro estándares adicionales en el intervalo de 0,01 a 0,20 mg de SAL o algún otro tensoactivo aniónico.

8.5 Tratar los estándares como se indica en los incisos 9.1 a 9.13

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Seleccionar un volumen de muestra en base a la concentración de SAAM estimado y colocar en embudo de separación de 500 mL.

9.2 Añadir 3 gotas de la disolución indicadora de fenolftaleína (ver inciso 5.13) y agregar suficiente disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 5.14) para producir un color rosa.

9.3 Adicionar disolución diluida de ácido sulfúrico (ver inciso 5.17), en pequeñas cantidades hasta que el color rosa desaparezca completamente.

9.4 Adicionar 25 mL de la disolución de azul de metileno (ver inciso 5.12) y mezclar.

9.5 Adicionar 10 mL de cloroformo (ver inciso 5.1) y agitar durante 30 s con fuerza.

9.6 Liberar cuidadosamente la presión.

9.7 Permitir la separación de las fases y drenar el cloroformo (ver inciso 5.1) dentro de un segundo embudo de separación de 500 mL. Si una cantidad excesiva de las formas de emulsión se encuentran dentro de una muestra, es evidente que ocurre una pérdida sustancial de SAAM, entonces se

recomienda al analista usar las técnicas más conocidas en el intento de romper la emulsión. Algunas de las técnicas conocidas son: (1) la breve aplicación local de calor por medio de vapor de agua caliente aplicado al exterior del embudo de separación en el área de la capa de emulsión y (2) filtrando la emulsión a través de un tapón de fibra de vidrio para remover la materia particulada, etc. Si la emulsión no puede romperse, entonces tomar nota registrando el hecho, hacer otro intento para analizar la muestra usando una menor cantidad de la misma. Liberar la presión del embudo cuidadosamente

9.8 Dejar cualquier capa de emulsión en el primer embudo de separación y repetir la extracción, en forma seriada, con dos porciones adicionales de 10 mL de cloroformo (ver inciso 5.1). Liberar la presión del embudo cuidadosamente.

9.9 Adicionar 50 mL de la disolución de lavado de fosfatos (ver inciso 5.15) a los extractos combinados de cloroformo en el segundo embudo de separación y agitar vigorosamente por 30 s. Colocar el embudo de separación en posición vertical. Permitir que la muestra se estabilice durante 1 min.

9.10 Filtrar la capa de cloroformo a través de un embudo y un tapón de fibra de vidrio a un matraz volumétrico de 100 mL.

9.11 Adicionar una alícuota de 20 mL de cloroformo (ver inciso 5.1) al segundo embudo de separación y repetir los pasos de agitación, (ver inciso 9.8). Pasar la capa de cloroformo a través del tapón de fibra de vidrio al matraz volumétrico de 100 mL. Aforar a 100 mL con cloroformo.

9.12 Usar una celda de paso óptico de luz de 1 cm, a una longitud de onda de 652 nm, ajustar el espectrofotómetro a una absorbancia de cero con cloroformo.

9.13 Medir la absorbancia de cada uno de los extractos. Ya que existe la tendencia de un desvanecimiento lento del extracto del complejo de azul de metileno, la absorbancia debe medirse dentro de un período de 30 min después de su formación. Preparar una curva de calibración graficando las lecturas de absorbancia *vs*. la concentración de SAAM en mg por 100 mL de extracto. Asegurarse de que el material de referencia SAL tiene el mismo peso molecular tal como el que fue usado para producir la curva previa.

10 CÁLCULOS

10.1 Calcular y expresar como SAAM, la concentración aparente de sulfonato de alquilbenceno lineal como se indica a continuación:

$$\text{SAAM, mg/L} = W * 1\,000 / S$$

donde:

W son los mg/100 mL de SAL en la muestra calculada a partir de la ecuación de la recta de la curva de calibración, y

S son los mL de alícuota de la muestra.

10.2 Incluir en el reporte el patrón utilizado para la cuantificación o el peso molecular (PM) del SAL usado o disolución patrón de referencia utilizada para preparar la curva de calibración

10.3 Reportar los resultados en mg/L con la precisión correspondiente.

11 INTERFERENCIAS

11.1 Cualquier compuesto orgánico e inorgánico que pueda formar un complejo con el azul de metileno extractable con cloroformo producirá interferencias positivas, a menos que el par iónico sea eliminado. Estas interferencias positivas incluyen sulfonatos orgánicos, carboxilatos y fenoles, además de cianuros, tiocianatos y nitratos (ver tabla 1).

11.2 Cualquier compuesto que compite efectivamente con el azul de metileno para formar un par iónico no extractable con cloroformo da resultados negativos. Estas interferencias negativas se dan cuando existen aminas en la muestra.

11.3 Cuando se utiliza mezcla crómica como disolución limpiadora para el material de vidrio, debe tenerse cuidado de eliminar por completo todo el ácido crómico. Si no se retira todo el ácido, esto puede provocar errores en los resultados.

11.4 Nunca use un detergente para limpiar el material de vidrio utilizado en el desarrollo de este método, ya que el detergente es difícil de remover de las superficies. Cualquier residuo de detergente puede causar resultados altos.

TABLA 1.- Evaluación de interferencias potenciales en el método de azul de metileno.

Disolución SAL adicionada (1 mg/L)	Concentración mg/L	SAL indicado mg/L
Ácido acético	100	1,0
Dietilfosforoditionato de amonio	20	1,1
Ácido bencensulfónico	100	1.3
Colesterol	100	1,0
2,4-diclorofenol	100	1,0
Dietanolamina	1 000	1,0
Fenilfosfato disódico	10	1,0
Isopropilamina	14	1,0
Leucina	10	1,0
Clorohidrato de N-1 (naftiletileneamida)	100	0,9
Nonil-fenol ectocilado (9)	100	1,0
Fenol	100	1,0

(Concluye)

TABLA 1.- Evaluación de interferencias potenciales en el método de azul de metileno.

Disolución SAL adicionada (1 mg/L)	Concentración mg/L	SAL indicado mg/L
Ácido pícrico	5	4,6
Cloruro de potasio	100	1,0
Cianuro de potasio	100	1,0
Nitrato de potasio	100	1,0
Tiocianato de potasio	2	1,0
Tiocianato de potasio	100	4,1
Proteínas	100	0,9
Dodecil sulfonato de sodio	10	14,6
Dodecen sulfonato de sodio	5	5,0
Naftalen sulfonato de sodio	5	5,1
Esterato de sodio	100	1,0

12 SEGURIDAD

12.1 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.

12.2 Este método puede no mencionar todas las normas 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.

12.3 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.

12.4 El cloroformo es tóxico y se sospecha que puede ser un carcinogénico, evite su ingestión, inhalación o absorción a través de la piel. Utilice una campana de extracción.

13 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.

13.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su Programa de Control de Calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.

13.2 Los desechos ácidos y alcalinos se deben neutralizar para su posterior desecho.

13.3 Las muestras líquidas que salgan con altos contenidos de cloroformo se deben envasar en recipientes herméticos, y almacenarse temporalmente tomando todas las precauciones necesarias y después enviarlas al confinamiento de residuos peligrosos.

13.4 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

13.5 El cloroformo debe ser reciclado por destilación

14 BIBLIOGRAFÍA

NOM-001-ECOL-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.

NOM-008-SCFI-1993 Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.

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-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.

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.

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.

D 2330 “Standard Test Method for Methylene Blue Active Substances”, American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, 1994, pp 122-128.

5540 C “Anionic Surfactants as MBAS”, American Public Health Association, “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”, USA, APHA, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp. 5-36 - 5-38.

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

15 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
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

MIGUEL AGUILAR ROMO

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

JADS/AFO/DLR/MRG

NMX-AA-039-SCFI-2001

ANÁLISIS DE AGUAS - DETERMINACIÓN DE SUSTANCIAS ACTIVAS AL AZUL DE METILENO (SAAM) EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-039-1980)

WATERS ANALYSIS - DETERMINATION OF METHYLENE BLUE ACTIVE SUBSTANCES IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

P R E F A C I O

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CASA ROCAS, S.A. DE C.V.

- CENTRO DE SERVICIOS QUÍMICOS DE AGUASCALIENTES

- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA

- COMISIÓN ESTATAL DE AGUA Y SANEAMIENTO

- COMISIÓN FEDERAL DE ELECTRICIDAD

- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA

- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

- FISHER SCIENTIFIC MEXICANA, S.A. DE C.V.

- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
  Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica;
  Dirección General de Normatividad y Apoyo Técnico.

- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO

- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA

- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.

- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
  Campus Monterrey.

- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO DE PEMEX PERFORACIÓN Y MANTENIMIENTO DE POZOS

- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.

- MERCK- MÉXICO, S.A. DE C.V.

- NOVAMANN, S.A. DE C.V.
  Laboratorio Control Químico.

- PERKIN ELMER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.

- SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
  Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.

- SECRETARÍA DE SALUD

- SERVICIOS AMBIENTALES MULTIPLES E INGENIERÍA, S.A. DE C.V.

- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.

- SISTEMA INTERMUNICIPAL DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
  Unidad Azcapotzalco.

- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
  Facultad de Química;
  Instituto de Geofísica;
  Instituto de Ingeniería.

- VARIAN, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo **Página**

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	2
2	Principio del método	2
3	Definiciones	2
4	Equipo y materiales	7
5	Reactivos y patrones	8
6	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	10
7	Control de calidad	10
8	Calibración	11
9	Procedimiento	11
10	Cálculos	13
11	Interferencias	14
12	Seguridad	15
13	Manejo de residuos	16
14	Bibliografía	16
15	Concordancia con normas internacionales	18