



**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE CLORUROS
TOTALES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A
LA NMX-AA-073-1981)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL CHLORINE IN
NATURAL WATER, WASTEWATERS AND WASTEWATERS
TREATED - TEST METHOD**

0 INTRODUCCIÓN

El ión cloruro es uno de los iones inorgánicos que se encuentran en mayor cantidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, su presencia es necesaria en aguas potables. En agua potable, el sabor salado producido por la concentración de cloruros es variable. En algunas aguas conteniendo 25 mg Cl⁻/L se puede detectar el sabor salado si el catión es sodio. Por otra parte, éste puede estar ausente en aguas conteniendo hasta 1g Cl⁻/L cuando los cationes que predominan son calcio y magnesio.

Un alto contenido de cloruros puede dañar estructuras metálicas y evitar el crecimiento de plantas. Las altas concentraciones de cloruro en aguas residuales, cuando éstas son utilizadas para el riego en campos agrícolas deteriora, en forma importante la calidad del suelo.

Es entonces importante el poder determinar la concentración de cloruros en aguas naturales, residuales y residuales tratadas en un amplio intervalo de concentraciones.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de análisis para la determinación de cloruros totales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

La determinación de cloruros por este método se basa en una valoración con nitrato de plata utilizando como indicador cromato de potasio. La plata reacciona con los cloruros para formar un precipitado de cloruro de plata de color blanco. En las inmediaciones del punto de equivalencia al agotarse el ión cloruro, empieza la precipitación del cromato. La formación de cromato de plata puede identificarse por el cambio de color de la disolución a anaranjado-rojizo así como en la forma del precipitado. En este momento se da por terminada la valoración.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Aguas naturales

Agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, 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 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.

3.4 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.

3.5 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.

3.6 Descarga

Acción de verter, infiltrar, 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.

3.7 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.

3.8 Disolución estándar

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

3.9 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.

3.10 Material de referencia

Material o sustancia en el cual uno o más 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.

3.11 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.

3.12 Medición

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

3.13 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

3.14 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.

3.15 Muestra simple

La que se tome en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente él 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.

3.16 Parámetro

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

3.17 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.

3.18 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.

3.19 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.

3.20 Patrón secundario

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

3.21 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.

3.22 Patrón de trabajo

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

3.23 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;

$t_{\alpha/2}$ 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.

3.24 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.

3.25 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 este método.

4.1 Equipo

4.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

4.1.2 Potenciómetro para medición de pH

4.2 Materiales

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

4.2.1 Frascos para muestreo de polietileno, polipropileno o vidrio de boca ancha de 500 mL de capacidad.

4.2.2 Bureta con certificado o en su caso debe estar calibrada

5 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se especifique otra cosa.

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

Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 min; b) Conductividad, $\mu\text{S/cm}$ a 25°C: 5,0 Máx. y c) pH: 5,0 a 8,0.

- 5.1 Nitrato de plata (AgNO_3)
- 5.2 Cloruro de sodio (NaCl)
- 5.3 Cromato de potasio (K_2CrO_4)
- 5.4 Hidróxido de sodio (NaOH)
- 5.5 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
- 5.6 Sulfato de aluminio y potasio dodecahidratado [$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]
- 5.7 Amoníaco concentrado (NH_3)
- 5.8 Disolución indicadora de cromato de potasio. Pesar aproximadamente y con precisión 50,0 g de cromato de potasio (ver inciso 5.3) y disolver en 500 mL de agua y añadir disolución patrón de nitrato de plata (ver inciso 5.9) hasta que se produzca un precipitado rojo claro. Proteger la disolución de la luz y dejar estabilizar durante 24 h después de la adición de la disolución de nitrato de plata. Filtrar la disolución para remover el precipitado y aforar a 1 L con agua.
- 5.9 Disolución estándar de nitrato de plata (0,014N). Moler aproximadamente 5,0 g de cristales de nitrato de plata (ver inciso 5.1) y secar a 100°C durante 2 h. Pesar aproximadamente y con precisión 2,4 g de los cristales pulverizados de nitrato de plata (ver inciso 5.1) disolverlos en aproximadamente 1 L. Valorar contra la disolución patrón de cloruro de sodio 0,014N (ver inciso 5.10).
- 5.10 Disolución patrón de cloruro de sodio (0,014N). Secar aproximadamente 3,0 g de cloruro de sodio (ver inciso 5.2) a 140°C. Pesar aproximadamente y con precisión 824,1 mg de la sal seca disolver en agua y aforar a 1 L en un matraz volumétrico. Se acepta el uso de patrón certificado.
- 5.11 Disolución de hidróxido de sodio (0,1N). Pesar aproximadamente y con precisión 4,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.4) disolver en 1 L de agua.
- 5.12 Disolución de ácido sulfúrico (0,1N). Tomar cuidadosamente 3 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.5) y llevar a 1 L.
- 5.13 Suspensión de hidróxido de aluminio. Pesar aproximadamente y con precisión 125,0 g de sulfato de aluminio y potasio (ver inciso 5.6) o sulfato de aluminio y amonio, y llevar a 1 L con agua. Calentar a 60°C y añadir 55

mL de amoníaco (ver inciso 5.7) lentamente y agitando. Permitir reposar la disolución durante unas horas, decantar el agua sobrenadante y lavar el precipitado por adiciones sucesivas de agua, mezclando bien y decantando. Repetir el procedimiento anterior hasta eliminar el olor a amoníaco. Cuando está recién preparada, la suspensión ocupa un volumen aproximado de 1 L.

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 6.1 Se deben tomar las muestras en envases limpios de polietileno o de vidrio. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples. Tomar un volumen de 500 mL
- 6.2 Se debe preservar la muestra a 4°C hasta su análisis.
- 6.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de una 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 la calibración de los equipos y materiales siguientes:

- 8.1 Material volumétrico.
- 8.2 Balanza analítica.
- 8.3 Potenciómetro
- 8.4 Bureta

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Acondicionamiento de la muestra

9.1.1 Utilizar un volumen de muestra de 100 mL. Ajustar el pH entre 7 y 10 utilizando las disoluciones de hidróxido de sodio (0,1N) (ver inciso 5.11) y/o ácido sulfúrico (0,1N) (ver inciso 5.12).

9.1.2 Si la muestra tiene mucho color, añadir de 3 mL a 5 mL de la suspensión de hidróxido de aluminio (ver inciso 5.13) antes de acondicionar. Mezclar, dejar sedimentar y filtrar con papel filtro cualitativo.

9.2 Valoración

9.2.1 A 100 mL de muestra acondicionada, adicionar 1 mL de disolución indicadora de cromato de potasio (ver inciso 5.8). Valorar con la disolución patrón de nitrato de plata (ver inciso 5.9) hasta el vire de amarillo a naranja rojizo, manteniendo un criterio constante en el punto final.

9.2.2 Titular un blanco con las muestras.

10 CÁLCULOS

10.1 Calcular la concentración de iones Cloruro en la muestra original, en mg/L como sigue:

$$\text{Cl- mg /L} = [(A - B) \times N \times 35,450] / \text{mL de muestra}$$

donde:

- A son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración de la muestra;
- B son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración del blanco, y
- N es la normalidad del nitrato de plata.
- 10.2 Todos los valores obtenidos de control de calidad deben ser reportados junto con los resultados del análisis.
- 10.3 Reportar los resultados en Cl mg/L, con la precisión correspondiente.

11 INTERFERENCIAS

- 11.1 Los iones bromuro, yoduro y cianuro se registran como concentraciones equivalentes de cloruro.
- 11.2 Los iones sulfuro, tiosulfato y sulfito interfieren.
- 11.3 El ortofosfato en concentraciones mayores de 25 mg/L interfiere ya que precipita como fosfato de plata.
- 11.4 El hierro con concentraciones arriba de 10 mg/L interfiere porque enmascara el punto final de la valoración.

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. 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.
- 12.2 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.

- 12.3 Cuando se trabaje con cualquiera de los compuestos químicos descritos en este método, debe usar todo el tiempo equipo de seguridad, tal como: batas, guantes de látex y lentes de seguridad.
- 12.4 La preparación de todos los reactivos usados en este método debe efectuarse bajo una campana de extracción. Consulte las hojas de seguridad sobre manipulación y disposición de estos.

13 MANEJO DE RESIDUOS

Desecho de residuos: Una vez concluida la determinación de los residuos generados deben neutralizarse antes de su disposición final.

- 13.1 Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.
- 13.2 Los residuos de las titulaciones deben de almacenarse adecuadamente y ser dispuestos conforme lo señala la reglamentación aplicable para residuos peligrosos.

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, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997. |
| 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-008-SCFI-2000 Análisis de agua – Determinación del pH – Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 18 de diciembre de 2000.
- 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.

ASTM - D 512-89 "Standard Test Methods for Chloride Ion in Water", American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, Diciembre 1989, pp. 481-484.

Método 9253 "Chloride (Titrimetric, Silver Nitrate)", Environmental Protection Agency, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, 1994, pp. 1- 6.

Método 4500 Cl- B "Argentometric Method", American Public Health Association, "Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater", American Public Health Association, United States of America, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp. 4-48, 4-50.

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.



**SECRETARÍA DE
ECONOMÍA**

**NMX-AA-073-SCFI-2001
13/13**

**MÉXICO D.F., A
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

MIGUEL AGUILAR ROMO

JADS/AFO/DLR/MRG

NMX-AA-073-SCFI-2001

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE CLORUROS
TOTALES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A
LA NMX-AA-073-1981)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL CHLORINE IN
NATURAL WATER, WASTEWATERS AND WASTEWATERS
TREATED - TEST METHOD**

P R E F A C I O

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
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.

- 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 MÚLTIPLES 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

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