

## **TERCERA SECCION**

### **SECRETARIA DE SALUD**

**NORMA Oficial Mexicana NOM-201-SSA1-2002, Productos y servicios. Agua y hielo para consumo humano, envasados y a granel. Especificaciones sanitarias.**

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Salud.

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-201-SSA1-2002, PRODUCTOS Y SERVICIOS. AGUA Y HIELO PARA CONSUMO HUMANO, ENVASADOS Y A GRANEL. ESPECIFICACIONES SANITARIAS.

ERNESTO ENRIQUEZ RUBIO, Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 4o. de la Ley Federal de Procedimiento Administrativo; 3o. fracciones XXII y XXIV, 13 fracción I, apartado A), fracción II, 195, 205, 210, 213 y demás aplicables de la Ley General de Salud; 38 fracción II, 40 fracciones I, XI, XII y XIII, 41, 43 y 47 fracción IV de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 4o., 15, 20, 25, 30, 101, 102 y 103 del Reglamento de Control Sanitario de Productos y Servicios; 28 y 34 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 2, literal C, fracción II, 34 y 36 fracción V del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud, y 2 fracciones II y III, 7 fracción XVI, y 11 fracciones I y II del Decreto por el que se crea la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios, me permito ordenar la publicación en el **Diario Oficial de la Federación** de la siguiente: Norma Oficial Mexicana NOM-201-SSA1-2002. Productos y Servicios. Agua y hielo para consumo humano, envasados y a granel. Especificaciones sanitarias.

#### **CONSIDERANDO**

Que con fecha 13 de junio de 2002, en cumplimiento de lo previsto en el artículo 46 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Dirección General de Calidad Sanitaria de Bienes y Servicios, ahora Dirección General de Control Sanitario de Productos y Servicios, presentó al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, el anteproyecto de la presente Norma Oficial Mexicana.

Que con fecha 12 de septiembre de 2001, en cumplimiento del acuerdo del Comité y lo previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó en el **Diario Oficial de la Federación** el proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana, a efecto de que dentro de los siguientes sesenta días naturales posteriores a dicha publicación, los interesados presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario.

Que con fecha previa, fueron publicadas en el **Diario Oficial de la Federación** las respuestas a los comentarios recibidos por el mencionado Comité, en términos del artículo 47 fracción III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Que en atención a las anteriores consideraciones, contando con la aprobación del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, se expide la siguiente:

**NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-201-SSA1-2002, PRODUCTOS Y SERVICIOS. AGUA Y HIELO PARA CONSUMO HUMANO, ENVASADOS Y A GRANEL. ESPECIFICACIONES SANITARIAS**

#### **PREFACIO**

En la elaboración de la presente Norma participaron los siguientes Organismos e Instituciones:

SECRETARIA DE SALUD

COMISION FEDERAL PARA LA PROTECCION CONTRA RIESGOS SANITARIOS

Dirección General de Control Sanitario de Productos y Servicios

Dirección General de Salud Ambiental

Laboratorio Nacional de Salud Pública

COMISION NACIONAL DEL AGUA

INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

Escuela Nacional de Ciencias Biológicas

ASOCIACION DE PRODUCTORES DE HIELO DEL NOROESTE, A.C.  
ASOCIACION NACIONAL DE PRODUCTORES Y DISTRIBUIDORES DE AGUA DE CALIDAD, A.C.  
ASOCIACION NACIONAL DE PRODUCTORES Y DISTRIBUIDORES DE AGUA PURIFICADA, A.C.  
ASOCIACION NACIONAL DE PRODUCTORES DE REFRESCOS Y AGUAS CARBONATADAS, A.C.  
CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION  
CADBURY BEBIDAS, S.A. DE C.V.  
COCA COLA DE MEXICO, S.A. DE C.V.  
COMPAÑIA TOPO CHICO, S.A.  
COMPAÑIA PRODUCTORA DE HIELO, S.A. DE C.V.  
CRISTAPURO, S.A. DE C.V.  
GRUPO OMNILIFE  
HARMONY BROOK DE MEXICO, S.A. DE C.V.  
HIELERA GRUPO EITAY, S.A. DE C.V.  
HIELERA SAN CARLOS, S.A. DE C.V.  
HIELO ALASKA, S.A. DE C.V.  
HIELO DE OBREGON, S.A. DE C.V.  
INDUSTRIALIZADORA QUERETANA DE HIELO, S.A. DE C.V.  
NESTLE MEXICO, S.A. DE C.V.  
PLURISER, S.A. DE C.V.

## INDICE

1. Objetivo y campo de aplicación
2. Referencias
3. Definiciones
4. Símbolos y abreviaturas
5. Clasificación
6. Disposiciones sanitarias
7. Información documental
8. Muestreo
9. Métodos de prueba
10. Etiquetado
11. Envase y embalaje
12. Concordancia con normas internacionales y mexicanas
13. Bibliografía
14. Observancia de la Norma
15. Vigencia

### 1. Objetivo y campo de aplicación

1.1 Esta Norma Oficial Mexicana establece las disposiciones y especificaciones sanitarias que deben cumplir el agua y hielo para consumo humano envasados y a granel, excepto la que es consumida directamente de los sistemas de abastecimiento.

1.2 Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria en el Territorio Nacional para las personas físicas o morales que se dedican a su proceso o importación.

### 2. Referencias

Esta Norma se complementa con lo siguiente:

- 2.1 NOM-012-SSA1-1993 Requisitos sanitarios que deben cumplir los sistemas de abastecimiento de agua para uso y consumo humano públicos y privados.
- 2.2 NOM-026-STPS-1998 Colores y señales de seguridad e higiene e identificación de riesgos por fluidos conducidos en tuberías.
- 2.3 NOM-086-SSA1-1994 Bienes y Servicios. Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificaciones en su composición. Especificaciones nutrimentales.
- 2.4 NOM-112-SSA1-1994 Bienes y Servicios. Determinación de bacterias coliformes. Técnica del número más probable.
- 2.5 NOM-117-SSA1-1994 Bienes y Servicios. Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc, y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por absorción atómica.
- 2.6 NOM-120-SSA1-1994 Bienes y Servicios. Prácticas de higiene y sanidad para el proceso de alimentos, bebidas no alcohólicas y alcohólicas.
- 2.7 NOM-127-SSA1-1994 Salud Ambiental, agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización.
- 2.8 NOM-145-SSA1-1995 Bienes y Servicios. Productos cárnicos troceados y curados. Productos cárnicos curados y madurados. Disposiciones y especificaciones sanitarias.
- 2.9 NOM-181-SSA1-1998 Salud Ambiental, agua para uso y consumo humano. Requisitos sanitarios que deben cumplir las sustancias germicidas para tratamiento de agua de tipo doméstico. Requisitos sanitarios.

### 3. Definiciones

Para fines de esta Norma se entiende por:

**3.1 Agua para consumo humano a granel**, a la que no contiene materia extraña, ni contaminantes, ya sean químicos, físicos o microbiológicos, que causen efectos nocivos a la salud, que es suministrada en presencia del consumidor.

**3.2 Agua para consumo humano preenvasada**, a la de cualquier origen, que no contiene materia extraña, ni contaminantes, ya sean químicos, físicos o microbiológicos, que causen efectos nocivos a la salud, para su comercialización se presenta al consumidor en envases cerrados, incluyéndose entre otras: al agua de manantial, agua mineral, agua mineralizada.

**3.3 Aislado**, a la separación física de un área de otras por medio de material sanitario, resistente y permanente.

**3.4 Anomalía sanitaria**, a la irregularidad con relación a las especificaciones de carácter sanitario establecidos las normas aplicables y que representan un riesgo para la salud.

**3.5 Area de lavado**, a la zona en donde se someten los envases a diversas operaciones para la eliminación de materia extraña, suciedad y para su desinfección y enjuague.

**3.6 Area de llenado**, a la zona donde se envasa y tapa el producto.

**3.7 Area de producción**, a la zona de la planta o equipo donde se realizan las operaciones necesarias para obtener agua y el hielo para consumo humano.

**3.8 Area de suministro**, a la zona donde se llena el envase con agua para consumo humano a granel.

**3.9 Bitácora**, al documento controlado que provee evidencia objetiva y auditable de las actividades ejecutadas o resultados obtenidos durante el proceso del producto y su análisis.

**3.10 Cisterna o tanque de almacenamiento**, al depósito que sirve para almacenar el producto o materia prima en establecimientos, equipos de autoservicio o transporte.

**3.11 Contaminación cruzada**, a la presencia en un producto de entidades físicas, químicas o biológicas indeseables procedentes de otros productos o etapas del proceso.

**3.12 Desinfección**, a la reducción del número de microorganismos a un nivel que no da lugar a contaminación del producto, mediante agentes químicos, métodos físicos o ambos.

**3.13 Envase**, al recipiente destinado a contener un producto y que entra en contacto con el mismo.

**3.14 Establecimiento**, a los locales y sus instalaciones y anexos, estén cubiertos o descubiertos, sean fijos o móviles, en los que se desarrolla el proceso de los productos o las actividades y servicios.

**3.15 Etiqueta**, al marbete, rótulo, inscripción, marca, imagen gráfica u otra forma descriptiva que se haya escrito, impreso, estarcido, marcado, en relieve o en hueco, grabado, adherido, precintado o anexo al empaque o envase del producto.

**3.16 Expendio de agua o hielo a granel**, a los establecimientos o instalaciones donde se vende o suministra agua o hielo para consumo humano, proveniente de plantas.

**3.17 Fauna nociva**, a todos aquellos animales capaces de contaminar al producto por medio de sus excreciones, secreciones o por acción mecánica.

**3.18 Fuente de abastecimiento**, al lugar a partir del cual se obtiene la materia prima, incluye, manantiales, pozos, etc., excepto los sistemas de abastecimiento, pudiendo ser éstos públicos o privados.

**3.19 Hielo a granel**, al producto obtenido por congelación del agua, que es suministrada en presencia del consumidor, y no se encuentra envasado para su comercialización.

**3.20 Hielo envasado**, al producto obtenido por la congelación del agua apta para consumo humano y que se presenta envasado para su comercialización.

**3.21 Inocuo**, a lo que no hace o causa daño a la salud.

**3.22 Límite máximo**, a la cantidad establecida de aditivos, microorganismos, parásitos, materia extraña, plaguicidas, biotoxinas, residuos de medicamentos, metales pesados y metaloides que no se debe exceder en un alimento, bebida o materia prima.

**3.23 Limpieza**, al conjunto de procedimientos que tienen por objeto eliminar tierra, residuos, suciedad, polvo, grasa u otros materiales objetables.

**3.24 Lote**, a la cantidad de un producto elaborado en un mismo ciclo, integrado por unidades homogéneas.

**3.25 Máquina automática para la producción de agua o hielo**, a la máquina que cuenta con todo el equipo necesario para el tratamiento y expendio de agua o hielo para consumo humano a granel o envasado.

**3.26 Materia extraña**, a la sustancia, resto o desecho orgánico o no, que se presenta en el producto, sea por contaminación o por manejo no higiénico del mismo durante su elaboración, o comercialización, considerándose entre otros: excretas, pelos de cualquier especie, huesos e insectos, que resulten perjudiciales para la salud.

**3.27 Materia prima**, al agua de la cual se parte para obtener el producto terminado.

**3.28 Material sanitario**, al que es liso, fácil de lavar y desinfectar, no absorbente, inerte, que no ceda sustancias tóxicas.

**3.29 Metal pesado y metaloide**, a los elementos químicos que tienen un peso atómico entre 63 y 200 y una gravedad específica mayor de 4,0 que por su naturaleza presenta una gran reactividad y que dependiendo de la concentración, la forma química o su acumulación en el organismo pueden ocasionar efectos indeseables en el metabolismo.

**3.30 Métodos de prueba**, a los procedimientos analíticos utilizados en el laboratorio para comprobar que un producto satisface las especificaciones que establece la Norma.

**3.31 Personal**, a todo aquel individuo contratado por la compañía, que interviene en cualquier etapa del proceso.

**3.32 Planta**, al establecimiento fijo en el que se lleva a cabo el proceso de los productos objeto de esta Norma.

**3.33 Proceso**, al conjunto de actividades relativas a la obtención, elaboración, fabricación, preparación, conservación, mezclado, acondicionamiento, envasado, manipulación, transporte, distribución, almacenamiento y expendio o suministro al público de los productos.

**3.34 Producto a granel**, al producto que debe pesarse, medirse o contarse en presencia del consumidor por no encontrarse envasado al momento de su venta.

**3.35 Producto envasado**, al producto que cuando es colocado en un envase de cualquier naturaleza, no se encuentra presente el consumidor y la cantidad de producto contenido en él no puede ser alterada, a menos que el envase sea abierto o modificado perceptiblemente.

**3.36 Producto terminado**, al que se ofrecerá al consumidor final.

**3.37 Recinto cerrado**, al espacio o área, que no permite el contacto permanente con el medio ambiente exterior.

**3.38 Riesgo asociado**, al que se deriva de un agente físico, químico o biológico que pudiera causar un daño a la salud.

**3.39 Salmuera**, a la solución saturada de cloruro de sodio y que puede contener aditivos.

**3.40 Sistema de abastecimiento**, al conjunto de elementos integrados por las obras hidráulicas de captación, conducción, potabilización, desinfección, almacenamiento o regulación y distribución, pudiendo ser públicos o privados.

**3.41 Tratamiento**, a la operación o serie de operaciones a la que es sometida el agua o el hielo durante su elaboración, con el propósito de eliminar o reducir su contaminación.

**3.42 Tóxico**, al que constituye un riesgo para la salud cuando al penetrar al organismo humano produce alteraciones físicas, químicas o biológicas que dañan la salud de manera inmediata, mediata, temporal o permanente, o incluso ocasiona la muerte.

#### 4. Símbolos y abreviaturas

Cuando en esta Norma se haga referencia a los siguientes símbolos y abreviaturas se entiende por:

###m	Micrómetro
BPF	Buenas Prácticas de Fabricación
CLAR	Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución
CN <sup>-</sup>	Ion cianuro
Co	Cobalto
F <sup>-</sup>	ion fluoruro
g	Gramo
L	Litro
M	Molaridad
mg	Miligramo
mg/L	miligramo por litro
mL	Mililitro
mV	Milivoltios
N	Normalidad
N <sup>-</sup> NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	nitrógeno de nitrito
N <sup>-</sup> NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	nitrógeno de nitrato
nm	Nanómetro
NMP	Número Más Probable
pH	potencial de hidrógeno

Pt	Platino
SAP	Sulfonato de Alquil Benceno
THM	Trihalometanos
UFC	Unidades Formadoras de Colonias
UNT	Unidades Nefelométricas de Turbiedad
UV	Ultravioleta
vol.	Volumen

Cuando en la presente Norma se haga referencia a CICOPLAFEST, debe entenderse que se trata de la Comisión Intersecretarial para el Control del Proceso y Uso de Plaguicidas, Fertilizantes y Sustancias Tóxicas.

Cuando en la presente Norma se haga referencia al Acuerdo, debe entenderse que se trata del Acuerdo por el que se determinan las sustancias permitidas como aditivos y coadyuvantes.

### **5. Clasificación**

Para efectos de esta Norma, las modalidades de producción, expendio y suministro se clasifican en:

- 5.1 Plantas productoras de agua o hielo.
- 5.2 Máquinas automáticas para la producción de agua o hielo.
  - 5.2.1 Sin personal.
  - 5.2.2 Con personal.
- 5.3 Expendio de agua o hielo a granel.
  - 5.3.1 Sin personal.
  - 5.3.2 Con personal.

### **6. Especificaciones sanitarias**

#### **6.1 Control sanitario del proceso.**

Las plantas, expendios y máquinas automáticas, además de cumplir con lo establecido en la NOM-120-SSA1-1994, del Apartado de Referencias, deben ajustarse a las siguientes disposiciones.

**6.1.1** El equipo, tuberías, tanques de almacenamiento o cualquier otra superficie que entre en contacto directo con el producto o materia prima se deben limpiar y desinfectar con la frecuencia que determinen las condiciones del establecimiento, proceso y equipo de tal forma que se garantice la eliminación de riesgos asociados.

**6.1.2** Cuando en un mismo equipo se elaboren distintos productos, se debe desinfectar antes del proceso de agua o hielo.

**6.1.3** El agua que se utilice para propósitos no relacionados con el producto, debe transportarse por tuberías diferentes, separadas, sin que haya alguna conexión ni sifonado de retroceso con las tuberías que transportan el agua potable y de proceso.

**6.1.4** Además de lo establecido en la NOM-026-STPS-1998 del Apartado de referencias, las tuberías que conduzcan agua en distintas etapas del proceso o fluidos diferentes de ésta, se deben identificar de acuerdo con el código propio de la empresa, que debe proporcionarse durante la verificación. Cualquier forma de identificación debe ser visible para el personal.

**6.1.5** Las cisternas o tanques de almacenamiento deben estar protegidos contra la contaminación, corrosión y permanecer tapados. En el caso de las cisternas, las tapas deben estar a una altura mínima de 10 centímetros del piso y su diseño debe evitar la entrada de agua, materia extraña o polvo al interior. Las paredes interiores de las cisternas o tanques deben ser o estar revestidas en su totalidad de material impermeable no tóxico, liso y fácil de lavar y desinfectar, las uniones deben ser fáciles de limpiar. En caso de que la cisterna o tanque de almacenamiento de producto terminado cuente con respiradero, éste debe contar como mínimo con un filtro que impida la contaminación del producto.

**6.1.6** En el interior de las cisternas o tanques de almacenamiento de la materia prima no debe existir suciedad ni cualquier tipo de materia extraña.

**6.1.7** El productor y el comercializador de agua o hielo, cada uno dentro del ámbito de su responsabilidad deben observar que las sustancias empleadas para la eliminación de plagas en cualquier área de proceso, cumplan con las disposiciones y especificaciones establecidas en el Catálogo Oficial de Plaguicidas vigente.

**6.1.8** Los sanitarios deben encontrarse fuera de las áreas de proceso y sin comunicación directa con éstas.

**6.1.9** Durante la verificación sanitaria, sólo se podrá abrir la cisterna o tanque de almacenamiento de producto terminado en caso de anomalía sanitaria.

**6.1.10** Deben existir procedimientos escritos para la realización de las operaciones de limpieza y desinfección que especifiquen como mínimo: productos usados, concentraciones, tiempos de contacto, enjuagues y medidas para evitar la contaminación de los equipos, utensilios o productos.

**6.1.11** Deben existir programas que determinen la calendarización de la aplicación de los procedimientos, así como el mantenimiento del equipo, mismos que contengan como mínimo: periodicidad y actividad a realizar.

**6.1.12** Las sustancias y equipos que se utilicen en la desinfección del agua deben lograr como mínimo un porcentaje de reducción de organismos coliformes totales de 99,99%.

**6.1.13** El proceso se debe registrar en bitácoras cuyo contenido se establece para cada modalidad de producción, mismas que se deben conservar por lo menos durante un año.

**6.1.14** Cuando las bitácoras o registros se elaboren por medios electrónicos, éstos deben contar con respaldos que aseguren la veracidad de la información y un procedimiento para la prevención de acceso y correcciones no controladas.

**6.1.15** Toda la documentación señalada debe estar a disposición de la autoridad sanitaria.

## **6.2** Plantas.

### **6.2.1** Productoras de Agua.

Además de cumplir con lo que se señala en el punto 6.1, deben cumplir con lo siguiente:

**6.2.1.1** Para el manejo de la materia prima, las conexiones de carga y descarga deben permanecer cerradas de manera que no existan fugas, debiendo contar con llave o candado que no permita la manipulación del equipo o producto por personas ajenas a la producción o a la verificación.

**6.2.1.2** Se debe contar con un sistema que evite que el agua lista para envasarse y el agua en proceso entren en contacto.

**6.2.1.3** Próximas al área de producción, deben existir instalaciones exclusivamente para el lavado y desinfección de las manos con jabón líquido, agua o solución desinfectante y de un medio higiénico para el secado de manos.

**6.2.1.4** El lavado de los envases debe hacerse en un área específica cerrada dentro de la planta. Se deben tomar las medidas necesarias para evitar que los envases se vuelvan a contaminar.

**6.2.1.5** Durante el lavado de los envases, debe evitarse la acumulación de humo, polvo y vapores.

**6.2.1.6** Para el caso de envases no retornables vacíos, éstos deberán almacenarse en condiciones higiénicas, protegidos del polvo, fauna nociva y materia extraña. No deben entrar en contacto directo con el piso. En el caso de botellas y garrafones, previo a su llenado deben ser sometidos a un proceso de limpieza interna que garantice su inocuidad.

**6.2.1.7** Para el caso de envases retornables, éstos deben ser sometidos a procesos de lavado y desinfección interna, lavado externo, así como enjuague. Después de estas operaciones no deben quedar residuos de las sustancias utilizadas.

**6.2.1.8** Todos los tapones deberán ser nuevos y de materiales no tóxicos.

**6.2.1.9** Todos los tapones deben ser mantenidos durante todo el proceso en condiciones higiénicas, libres de polvo y de materia extraña. En caso de contaminación accidental éstos deberán limpiarse y desinfectarse con soluciones que no modifiquen, reaccionen o alteren sus características y evitando la contaminación por arrastre.

**6.2.1.10** El área de llenado debe mantenerse aislada con material sanitario de las demás áreas y los accesos deben estar protegidos de manera que se evite la contaminación.

**6.2.1.11** El anhídrido carbónico que se agregue al producto debe ser grado alimentario.

**6.2.1.12** En el caso de productos envasados en botellas o garrafones, cuando se encuentren listos para la venta, deben al menos estar cerrados con tapa inviolable o tapa con sello o banda de garantía.

**6.2.1.13** En caso de que la planta suministre o expendá agua a granel, debe colocar letreros con leyendas preventivas de manera visible para el consumidor, en los que se señale el riesgo que representa para la salud el llenado de envases sucios y el transporte y manejo de los envases destapados, la forma correcta de lavar y desinfectar los envases. Las letras deben tener un tamaño de 0,5 centímetros de altura como mínimo y ser de colores contrastantes.

**6.2.1.14** En el caso de que el productor envase directamente de una obra de captación de una fuente de abastecimiento, además de cumplir con lo que señala el Reglamento, debe cumplir con lo siguiente:

**6.2.1.14.1** No deben construirse obras de captación en fuentes de abastecimiento cuyas cargas de contaminantes por su magnitud y peligrosidad pongan en riesgo la salud humana.

**6.2.1.14.2** La fuente de abastecimiento y las obras de captación deben protegerse mediante cerca de malla de alambre o muros, con la altura o distancia suficiente que impida la deposición de desechos sólidos, líquidos o excretas y el paso de animales. Sólo se permitirá el acceso a personal autorizado.

**6.2.1.14.3** La fuente de abastecimiento y obras de captación deben protegerse de contaminación exterior debida a escurrimientos o infiltraciones de agua u otros vectores.

**6.2.1.14.4** Cesar temporalmente la producción, cuando se detecte que la materia prima está fuera de alguna especificación de la presente Norma, reiniciándose hasta que la calidad de la materia prima haya retornado a su normalidad.

## **6.2.2** Productoras de Hielo.

Además de lo señalado en el punto 6.1, deben cumplir con lo siguiente:

**6.2.2.1** En aquellos casos en que por su tamaño o peso el hielo en barra tenga que entrar en contacto con el piso, éste deberá ser desinfectado con la frecuencia que sea necesaria para disminuir el riesgo de contaminación del producto.

**6.2.2.2** Para el manejo de la materia prima, las conexiones de carga y descarga deben permanecer cerradas de manera que no existan fugas, debiendo contar con llave o candado que no permita la manipulación del equipo o producto por personas ajenas a la producción o a la verificación.

**6.2.2.3** La etapa de producción debe contar con un sistema que evite todo contacto entre el producto final y el agua en proceso en cualquier etapa previa.

**6.2.2.4** Próximas al área de producción, deben existir instalaciones exclusivamente para el lavado y desinfección de las manos, con jabón líquido, agua o solución desinfectante y un medio higiénico para el secado de manos. Se debe contar con un dispositivo con solución para desinfección de calzado al ingreso de las áreas de llenado de moldes, desmoldado, corte, almacenamiento y envasado. Las personas que ingresen deberán desinfectar su calzado en los dispositivos.

**6.2.2.5** La parte interna de los moldes y tapas debe ser de material sanitario, deben conservarse limpios y sin presencia de oxidaciones, sin materia extraña y no deben tener fisuras que permitan la mezcla de salmuera con el producto.

**6.2.2.6** El llenado de los moldes debe hacerse a través de tubería fija.

**6.2.2.7** Los andenes de acceso a los tanques de congelación deben ser lisos y de material impermeable, con pendiente hacia el drenaje.

**6.2.2.8** En las áreas de llenado de moldes y envasado, el personal deberá portar cubrebocas y cubrepelo.

**6.2.2.9** Los moldes no deben sumergirse por completo en la salmuera.

**6.2.2.10** En los tanques de despegue se debe usar agua cuyo contenido de coliformes fecales sea el establecido en esta Norma.

**6.2.2.11** El equipo y utensilios que entren en contacto con el producto deben ser de un material sanitario que no constituya un riesgo de contaminación.

**6.2.2.12** Las superficies por donde se desplacen las barras hacia el almacén de hielo se deben mantener en condiciones higiénicas. Estas superficies deberán ser limpiadas y sanitizadas en función de las características de las mismas, de tal forma que el manejo del hielo minimice el riesgo de contaminación al entrar en contacto con el piso.

**6.2.2.13** Las cuchillas expuestas al medio ambiente, el equipo y utensilios que entren en contacto con el producto se deben limpiar y desinfectar en cada jornada y después de mantenimiento o reparación.

**6.2.2.14** Las plantas productoras de hielo, están exentas del cumplimiento del control de primeras entradas y primeras salidas.

**6.2.2.15** El andén de despacho debe ser desinfectado antes de las operaciones.

**6.2.2.16** Las habitaciones de obreros, empleados o cualquier otra persona deben estar aisladas de las áreas de producción.

**6.3** Máquinas Automáticas de Agua y Hielo.

**6.3.1** Sin personal.

Además de lo señalado en el punto 6.1, excepto 6.1.8 y 6.1.15, deben cumplir con lo siguiente:

**6.3.1.1** Las máquinas automáticas deben estar ubicadas en recintos cerrados y deben estar aisladas de áreas de tránsito vehicular y de la vía pública.

**6.3.1.2** Los pisos sobre los que se instalen las áreas de suministro deben ser lavables y no deben existir encharcamientos.

**6.3.1.3** Las paredes, estructuras y techos de las áreas de suministro, así como sus uniones deben ser o estar recubiertos de materiales que sean lavables e impermeables, debiendo mantener el recubrimiento su integridad.

**6.3.1.4** Se debe disponer de un sistema eficaz de evacuación de efluentes y aguas residuales, el cual en todo momento debe mantenerse en buen estado.

**6.3.1.5** El área de suministro debe mantenerse aislada, evitando la contaminación cruzada con alimentos perecederos, a granel, frescos o con sustancias tóxicas. La toma o boquilla sólo debe ser manipulada para su limpieza, desinfección, mantenimiento o muestreo.

**6.3.1.6** En caso que la empresa operadora ponga envases a disposición del consumidor éstos deben estar limpios, desinfectados con tapa y sello o banda de garantía.

**6.3.1.7** Deben existir letreros con leyendas preventivas de manera visible para el consumidor en los que se señale el riesgo que representa para la salud el llenado de envases sucios y el transporte y manejo de los envases destapados, la forma correcta de lavar y desinfectar los envases. Las letras deben tener un tamaño de 0,5 centímetros como mínimo y ser de colores contrastantes.

**6.3.1.8** La empresa operadora debe presentar aviso de funcionamiento para cada una de las máquinas automáticas, ante la autoridad sanitaria competente, cada vez que se instale un equipo. Dicho aviso deberá incluir el código de colores.

**6.3.1.9** La empresa operadora tendrá como máximo 5 días hábiles posteriores a la verificación, para presentar una copia de las bitácoras, procedimientos, programas y diagramas de flujo a la autoridad sanitaria competente.

**6.3.2** Con personal.

**6.3.2.1** En caso de que se ofrezca el servicio de lavado de envases, deberá cumplir con lo que se señala en los puntos 6.2.1.4, 6.2.1.5 y 6.2.1.6 de esta Norma.

**6.4** Expendios de Agua a Granel.

**6.4.1** Sin personal.

Además de cumplir con lo señalado en el punto 6.1, excepto 6.1.8 y 6.1.15, deberán cumplir con lo siguiente:

**6.4.1.1** Los pisos de las áreas de suministro deben ser lavables y no deben existir encharcamientos.

**6.4.1.2** Las diferentes partes del equipo deben ser o estar recubiertas de materiales que sean lavables e impermeables, debiendo mantener el recubrimiento su integridad.

**6.4.1.3** El área de suministro debe mantenerse aislada, evitando la contaminación cruzada con alimentos perecederos, a granel, frescos y con sustancias tóxicas. La toma o boquilla sólo debe ser manipulada para su limpieza, mantenimiento o muestreo.

**6.4.1.4** Las conexiones de carga y descarga de las mangueras deben permanecer cerradas de manera que no existan fugas, debiendo contar con llave o candado que no permita la manipulación de las mismas por personas ajenas al proceso o a la verificación.

**6.4.1.5** Los expendios deben estar ubicados en recintos cerrados y deben estar aislados de áreas de tránsito vehicular y de la vía pública.

**6.4.1.6** La empresa operadora debe presentar aviso de funcionamiento para cada uno de estos expendios, ante la autoridad sanitaria competente.

**6.4.1.7** En caso que la empresa operadora ponga envases a disposición del consumidor éstos deben estar limpios, desinfectados con tapa y con sello o banda de garantía.

**6.4.1.8** Deben existir letreros con leyendas preventivas de manera visible para el consumidor en los que señale el riesgo que representa para la salud el llenado de envases sucios y el transporte y manejo de los envases destapados, la forma correcta de lavar y desinfectar los envases, las letras deben tener un tamaño de 0,5 centímetros como mínimo y ser de colores contrastantes.

**6.4.1.9** La compañía operadora tendrá como máximo 5 días hábiles posteriores a la verificación, para presentar una copia de las bitácoras, procedimientos, programas y diagramas de flujo a la autoridad sanitaria competente.

**6.4.2** Con personal.

Además de cumplir con lo que se señala en el punto 6.4.1, se deberá de cumplir con lo siguiente:

**6.4.2.1** En caso de que el expendio ofrezca el servicio de lavado de envases, deberá cumplir con lo que se señala en los puntos 6.2.1.4, 6.2.1.5 y 6.2.1.6 de esta Norma.

**6.5** Transporte de Agua o Hielo a Granel.

**6.5.1** Debe existir una bitácora, en la que se establezcan las fechas en las cuales se hayan efectuado las operaciones de mantenimiento y limpieza de las cisternas, cajas, mangueras y conexiones de los vehículos de transporte.

**6.5.2** Las paredes internas de la caja o de la cisterna del camión, deben estar revestidas o ser de material sanitario.

**6.5.3** Para el transporte de agua, la cisterna del camión debe contar con registros, que permitan el acceso de una persona al interior de la misma y contar con un sistema de vaciado con un dispositivo de cierre hermético.

**6.5.4** El dispositivo de registro para la ventilación de la cisterna no debe permitir derrames de agua o introducción de material extraño.

**6.5.5** Las conexiones entre la cisterna, válvulas y mangueras de distribución, así como el equipo en general no deben presentar fugas. Los equipos que se encuentren en contacto directo con el agua deben ser de material sanitario. Durante el recorrido las bocas de las mangueras deben mantenerse protegidas con dispositivos de material sanitario.

**6.5.6** Los vehículos que transportan agua o hielo, deben ostentar el nombre y domicilio de la empresa responsable del transporte.

**6.5.7** El agua no debe ser vendida o suministrada al consumidor final directamente del vehículo que la transporta.

**6.5.8** El contenedor que se utilice para transportar agua o hielo no debe ser utilizado para otro fin.

**6.6** Especificaciones sanitarias de producto.

Los productos objeto de este ordenamiento, deben cumplir con las siguientes especificaciones:

**6.6.1** La materia prima al inicio del proceso de los productos objeto de esta Norma, debe cumplir como mínimo con las especificaciones sanitarias que se establecen en la NOM-127-SSA1-1994. En caso de no ser así, el producto terminado además de cumplir con las especificaciones que se establecen en esta norma, debe cumplir con los límites máximos para bario, cromo y plaguicidas que se establecen en la norma arriba citada.

**6.6.2** Organolépticas y físicas.

Especificación	
Olor	Inodoro
Sabor	Insípido
	Límite Máximo
Color	15 unidades de color verdadero * en la escala de platino cobalto
Turbiedad	5 Unidades de UNT

\*Únicamente el producido por sólidos disueltos en el agua.

**6.6.3** Microbiológicas.

Especificación	Límite máximo
Coliformes totales	< 1,1NMP/100mL

**6.6.4** Contaminantes

**6.6.4.1** Metales pesados o metaloides.

Elemento	Límite máximo (mg/L)
Arsénico	0,025
Boro	0,3
Cadmio	0,005
Fluoruros como F <sup>-</sup>	1,5
Níquel	0,02
Plata	0,1
Plomo	0,01
Selenio	0,01

**6.6.4.2** Otros contaminantes.

Sustancia	Límite máximo (mg/L)
Cianuros como CN <sup>-</sup>	0,05
Nitratos como N	10,00
Nitritos como N	0,05
Sustancias activas al azul de metileno	0,5

**6.6.5** Desinfectantes.

Desinfectante	Límite Máximo (mg/L)	
	Hielo a granel	Agua o hielo envasados
Cloro residual libre después de un tiempo de contacto mínimo de 30 minutos	1,5	0,1 *

\* Cuando se utilice para desinfectar el producto.

**6.6.6** Subproductos de desinfección del agua.

Desinfectante utilizado	Subproducto	Límite máximo (mg/L)
Cloro	Formaldehído	0,9

	Trihalometanos totales	0,10
Ozono	Formaldehído	0,9

#### 6.6.7 Coadyuvantes de proceso.

Cuando se utilice poliacrilamida para realizar floculación su concentración no debe ser mayor a 1mg/L.

#### 6.6.8 Aditivos.

Aditivo	Límite máximo
Anhídrido carbónico	BPF

#### 6.6.9 Materia extraña: Ausente

### 7. Información documental

7.1 El proceso de los productos objeto de esta Norma debe documentarse en bitácoras o registros, de manera que garantice los requisitos establecidos en las Tablas 1, 2, 3 y 4. Los registros o bitácoras incluyendo los que se elaboren por medios electrónicos deben:

- Contar con respaldos que aseguren la veracidad de la información y un procedimiento para la prevención de acceso y correcciones no controladas.
- Conservarse por lo menos durante 1 año y estar a disposición de la autoridad sanitaria cuando así lo requiera.
- El diseño del formato queda bajo la responsabilidad del particular.

**Tabla 1.** Información mínima de las bitácoras o registros de las diferentes etapas del proceso y de las buenas prácticas de fabricación en plantas purificadoras de agua.

BITACORA DE:	INFORMACION:
Almacenamiento de producto terminado.	Primeras entradas-primeras salidas (en su caso). Responsable. Fecha de monitoreo.
Análisis de parámetros sanitarios de la materia prima.	Fecha. Responsable del análisis. Resultados (color y turbiedad, microbiológicos, fisicoquímicos, metales pesados, contaminantes).
Análisis de parámetros sanitarios del producto terminado.	Fecha. Responsable del análisis. Resultados (color y turbiedad, microbiológicos, fisicoquímicos, metales pesados, contaminantes y subproductos desinfección del agua en su caso). Lote (para productos envasados).
Control de fauna nociva	a) Por contratación: Fecha. Comprobante de fumigación proporcionado por la empresa responsable. Número de licencia de la empresa que aplica expedida por la autoridad correspondiente.

	<p>Técnicas y sustancias utilizadas y concentraciones. Responsable. b) Autoaplicación: Fecha. Aprobación del responsable técnico expedida por la autoridad correspondiente. Sustancias utilizadas y concentraciones. Responsable.</p>
Lavado y enjuagado de envases, en su caso.	<p>Sustancias usadas. Concentraciones. Tiempo de contacto. Temperaturas (en su caso).</p>
Limpieza y desinfección del equipo, utensilios e instalaciones.	<p>Procedimiento. Fecha. Sustancias usadas. Dosificación. Tiempos de contacto. Responsable.</p>
Proceso	<p>Contar con diagramas de bloque en los que se describa de manera sintética el proceso de elaboración del producto. Mantenimiento del equipo de desinfección: Operación realizada. Fecha. Técnicas o sustancias usadas. Dosificación y tiempo de contacto en su caso. Responsable. Hoja técnica o especificaciones del proveedor o fabricante de los equipos de filtración y desinfección. Tratamiento del agua. Tipo de tratamiento. Sustancias (en su caso). Dosificación. Horas acumuladas de operación de la lámpara Ultra Violeta (en su caso). Fecha. Responsable.</p>

**Tabla 2.** Información mínima de las bitácoras o registros de las diferentes etapas del proceso y de las buenas prácticas de fabricación en plantas productoras de hielo.

<b>BITACORA DE:</b>	<b>INFORMACION:</b>
Almacenamiento de producto terminado.	<p>Fecha de monitoreo. Responsable.</p>
Análisis de parámetros sanitarios de la materia prima.	

Análisis de parámetros sanitarios del producto terminado.	<p>Fecha.</p> <p>Responsable del análisis.</p> <p>Resultados (color y turbiedad, microbiológicos, fisicoquímicos, metales pesados, contaminantes y subproductos desinfección del agua en su caso).</p> <p>Lote (para productos envasados).</p>
Control de fauna nociva	<p>Por contratación:</p> <p>Fecha.</p> <p>Comprobante de fumigación proporcionado por la empresa responsable.</p> <p>Número de licencia de la empresa que aplica expedida por la autoridad correspondiente.</p> <p>Técnicas o sustancias utilizadas y concentraciones.</p> <p>Responsable.</p> <p>Autoaplicación:</p> <p>Fecha.</p> <p>Aprobación del responsable técnico expedida por la autoridad correspondiente.</p> <p>Sustancias utilizadas y concentraciones.</p> <p>Responsable.</p>
Limpieza y desinfección del equipo, utensilios e instalaciones.	<p>Procedimiento.</p> <p>Fecha.</p> <p>Sustancias usadas.</p> <p>Dosificación.</p> <p>Tiempos de contacto.</p> <p>Responsable.</p>
Proceso	<p>Contar con diagramas de bloque en los que se describa de manera sintética el proceso de elaboración del producto.</p> <p>Mantenimiento del equipo de desinfección:</p> <p>Operación realizada.</p> <p>Fecha.</p> <p>Sustancias usadas.</p> <p>Dosificación y tiempos de contacto en su caso.</p> <p>Responsable.</p> <p>Hoja técnica o especificaciones del proveedor o fabricante de los equipos de filtración y desinfección.</p> <p>Tratamiento del agua.</p> <p>Tipo de tratamiento.</p> <p>Sustancias (en su caso).</p> <p>Dosificación.</p> <p>Horas acumuladas de operación de la lámpara Ultra Violeta (en su caso).</p> <p>Fecha.</p>

	Responsable. Análisis del agua de desmoldado: Fecha. Laboratorio. Resultados. Transporte, tapas, tarimas Mantenimiento e higiene del equipo: Operación realizada. Fecha. Sustancias usadas. Tiempo de contacto. Tipo de producto. Dosificación. Responsable.
--	---

**Tabla 3.** Información mínima de las bitácoras o registros de las diferentes etapas del proceso y de las buenas prácticas de fabricación en Máquinas automáticas de agua y hielo.

<b>BITACORA DE:</b>	<b>INFORMACION:</b>
Análisis de parámetros sanitarios de la materia prima	Fecha. Responsable del análisis. Resultados (color y turbiedad, microbiológicos, fisicoquímicos, metales pesados, contaminantes).
Análisis de parámetros sanitarios del producto terminado	Fecha. Responsable del análisis. Resultados (color y turbiedad, microbiológicos, fisicoquímicos, metales pesados, contaminantes y subproductos desinfección del agua en su caso).
Control de fauna nociva. <sup>1</sup>	Por contratación: Fecha. Comprobante de fumigación proporcionado por la empresa responsable. Número de licencia de la empresa que aplica expedida por la autoridad correspondiente. Técnicas y sustancias utilizadas y concentraciones. Responsable. Autoaplicación: Fecha. Aprobación del responsable técnico expedida por la autoridad correspondiente. Sustancias utilizadas y concentraciones. Responsable.
Lavado y enjuagado de los envases, en su caso.	Sustancias usadas. Concentraciones. Tiempo de contacto. Temperaturas (en su caso).

<sup>1</sup> Sólo aplica cuando la empresa responsable realice la operación sin perjuicio de otros ordenamientos aplicables.

Limpieza y desinfección del equipo, utensilios, en su caso.	Procedimiento. Fecha. Sustancias usadas. Dosificación. Tiempos de contacto. Responsable.
Proceso	Contar con diagramas de bloque en los que se describa de manera sintética el proceso de elaboración del producto. Mantenimiento del equipo de desinfección: Operación realizada. Fecha. Sustancias usadas. Dosificación. Responsable. Hoja técnica o especificaciones del proveedor o fabricante de los equipos de filtración y desinfección. Tratamiento del agua: Tipo de tratamiento. Sustancias (en su caso). Dosificación. Horas acumuladas de operación de la lámpara Ultra Violeta (en su caso). Fecha. Responsable. Análisis del agua de desmoldado: Fecha. Laboratorio. Resultados. Transporte, tapas, tarimas Mantenimiento e higiene del equipo: Operación realizada. Fecha. Sustancias usadas. Tiempo de contacto. Tipo de producto. Dosificación. Responsable.

**Tabla 4.** Información mínima de las bitácoras o registros de las diferentes etapas del proceso y de las buenas prácticas de fabricación en Expendios de agua y hielo.

<b>BITACORA DE:</b>	<b>INFORMACION:</b>
Análisis de parámetros sanitarios del producto terminado.	Fecha. Responsable del análisis. Resultados (color y turbiedad, microbiológicos, fisicoquímicos, metales pesados, contaminantes y subproductos desinfección del agua en su caso).

Control de fauna nociva. <sup>2</sup>	Por contratación: Fecha. Comprobante de fumigación proporcionado por la empresa responsable. Número de licencia de la empresa que aplica expedida por la autoridad correspondiente. Técnica o sustancias utilizadas y concentraciones.
	Responsable. Autoaplicación: Fecha. Aprobación del responsable técnico expedida por la autoridad correspondiente. Sustancias utilizadas y concentraciones. Responsable.
Lavado y enjuagado de los envases, en su caso.	Sustancias usadas. Concentraciones. Tiempo de contacto. Temperaturas (en su caso).
Limpieza y desinfección del equipo, utensilios, en su caso.	Procedimiento. Fecha. Sustancias usadas. Dosificación. Tiempos de contacto. Responsable.
Transporte (en su caso).	Mantenimiento de las unidades: Operación realizada. Fecha. Sustancias usadas. Dosificación. Responsable.

## 8. Muestreo

El procedimiento de muestreo para los productos objeto de esta Norma, se debe sujetar a lo siguiente:

### 8.1 Disposiciones generales.

**8.1.1** Una vez abierta la tapa o cuando la muestra sea de producto a granel, el periodo máximo que debe transcurrir entre la toma de muestra y el inicio del análisis, debe ser de 6 horas. De no ser así se tendrá que mantener la muestra refrigerada.

### 8.2 Agua y hielo a granel.

En el caso del producto a granel, la toma de muestra se realizará de la siguiente forma:

**8.2.1** La persona que tomará las muestras, se lavará las manos antes de hacer la toma de muestra o en su defecto usará guantes desechables estériles.

**8.2.2** En caso de que la empresa ponga envases a disposición del consumidor, se tomarán las muestras de agua o hielo en envases de la compañía.

**8.2.3** Los recipientes para la toma de muestra deben abrirse cerca de la toma de salida, al momento de introducir la muestra y cerrarlos de inmediato. No se debe tocar la boca ni el interior del envase así como el dispositivo de suministro y debe evitarse que la tapa se contamine.

<sup>2</sup> Sólo aplica cuando la empresa responsable realice la operación sin perjuicio de otros ordenamientos aplicables.

**8.2.4** Debe llenarse siempre el envase en el que se tome la muestra.

**8.2.5** Cuando la empresa no ofrezca el envase, las muestras para análisis microbiológico se tomarán en recipientes estériles.

**8.2.6** Cuando se trate de hielo en barra, se debe esperar una barra, posteriormente se toma la muestra de distintas partes de la misma, distribuidas de manera aleatoria.

**8.2.7** En el caso de hielo molido, se tomarán muestras de distintas partes del contenedor de manera aleatoria, por medio del equipo que utilice la compañía.

## **9. Métodos de prueba**

**9.1** Para la verificación oficial de las especificaciones que se establecen en esta Norma, se deben aplicar los métodos de prueba señalados en este apartado.

El particular para su control interno, podrá utilizar el método de prueba que más se ajuste a sus necesidades.

**9.1.1** Para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, níquel, plata y selenio, se debe aplicar la Norma Oficial Mexicana NOM-117-SSA1-1994, Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por absorción atómica.

**9.1.2** Para la determinación de coliformes por la técnica del Número Más Probable (NMP), se debe aplicar el método establecido en la NOM-112-SSA1-1994 y las talas que se presentan en el apéndice normativo b de la NOM-145-SSA1-1995, citada en el apartado de referencias.

**9.1.3** En el caso de los coliformes totales para el aislamiento se debe aplicar el método establecido en el apéndice informativo B de la NOM-181-SSA1-1994 citada en el apartado de referencias.

**9.1.4** Para la determinación del porcentaje de reducción de coliformes totales para el aislamiento se debe aplicar el método establecido en el apéndice informativo B de la NOM-181-SSA1-1994 citada en el apartado de referencias.

**9.1.5** Para la determinación de boro, cianuros, cloro residual, color, fluoruros, formaldehído, nitratos y nitritos, sustancias activas al azul de metileno, trihalometanos totales y turbiedad, se deben aplicar los métodos que se describen a continuación.

## **9.2 Precauciones generales de seguridad.**

**9.2.1** El analista debe consultar siempre la información respecto a la exposición y manejo seguro de los reactivos químicos especificados en estos métodos, para emplear el equipo de seguridad apropiado como bata de laboratorio, guantes de látex, anteojos, mascarilla, etc. y trabajar cuando así se requiera bajo campana de extracción.

**9.2.2** Para la aplicación de los siguientes métodos TBT 1 Obc com d.18 293.57 Tm[(Pa)-3 a as manejo seboónexp(s)-6(i)-3()-81(e

**9.3.3.3.** Comparador manual para tubos Nessler de 50 mL con escala de vidrios coloreados estandarizados equivalentes desde 0,5 a 70 unidades Pt-Co o comparador electrónico de color.

**9.3.3.4.** Centrifuga.

**9.3.4** Materiales.

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

**9.3.4.1** Tubos Nessler de 50 mL de capacidad.

**9.3.4.2** Material filtrante de acuerdo a la naturaleza de la muestra.

**9.3.4.3** Material común de laboratorio.

**9.3.5** Reactivos.

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada libre de color.

**9.3.5.1** Acido clorhídrico concentrado (HCl)

**9.3.5.2** Cloruro de Cobalto hexahidratado ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )

**9.3.5.3** Hexacloroplatinato de potasio ( $\text{K}_2\text{PtCl}_6$ ).

**9.3.5.4** Solución madre de cloroplatinato de 500 unidades de color.

Pesar con precisión 1,246 g de hexacloroplatinato de potasio (equivalente a 500 mg de platino metálico) y 1,000 g de cloruro de cobalto hexahidratado (equivalente a 250 mg de cobalto metálico) y disolver en 500 mL de agua con 100 mL de ácido clorhídrico concentrado. Diluir a 1 L con agua. La solución se mantiene estable durante 3 meses.

**9.3.6** Procedimiento

**9.3.6.1** Preparación de la escala de color.

Preparar soluciones de concentración intermedia de acuerdo a la tabla No. 1. Colocar los volúmenes de la solución madre en tubos Nessler y diluir con agua a 50 mL.

**Tabla No. 1**

Unidades de color Pt-Co	Solución madre de platino-cobalto (mL)
0,0	0,0
2,5	0,25
5,0	0,5
10,0	1,0
15,0	1,5
20,0	2,0
25,0	2,5
30,0	3,0
35,0	3,5
40,0	4,0
45,0	4,5
50,0	5,0
60,0	6,0
70,0	7,0

Estos patrones se emplean para poder verificar la calibración de la escala de vidrios coloreados, y deben renovarse cada 6 meses.

**9.3.6.2** Determinación de Color Aparente.

**9.3.6.2.1** Medir en un tubo de Nessler, 50 mL de la muestra y comparar con las soluciones patrón o con la escala de vidrios coloreados. Se recomienda efectuar la observación, mirando verticalmente hacia abajo a través de los tubos contra una superficie blanca.

**9.3.6.2.2** Si el color excede de 70 unidades, diluir la muestra con agua en proporciones conocidas hasta que el color sea menor de 70 y mayor de 20 unidades Pt-Co.

**9.3.6.3** Determinación del color verdadero.

**9.3.6.3.1.** Remover la turbiedad de las muestras por filtración o centrifugación hasta que esté totalmente clara. El tipo de material filtrante y el tiempo de centrifugación dependerán de la naturaleza de la muestra.

**9.3.6.3.2.** Comparar la muestra filtrada o centrifugada con agua para comprobar que la turbiedad se ha eliminado. Si la muestra es clara seguir el procedimiento indicado en la determinación del color aparente.

**9.3.7** Cálculos.

Calcular las unidades de color por medio de la siguiente ecuación:

Unidades de color Pt-Co= A x FD

Donde:

A= Color estimado de la muestra.

FD= Factor de dilución de la muestra.

**9.3.8** Expresión de resultados

Reportar los resultados como se indica:

Unidades de Color Pt-Co	Redondear con una resolución de:
1 a 50	1
51 a 100	5
101 a 250	10
251 a 500	20

El valor de pH de la muestra debe reportarse junto con el del color real o aparente.

Reportar el resultado como:

Unidades de color verdadero en la escala platino-cobalto.
---

**9.4** Determinación de turbiedad.**9.4.1** Principio del método.

El método se basa en la comparación entre la intensidad de la luz dispersada por la muestra bajo condiciones definidas y la intensidad de luz dispersada por una suspensión de referencia en condiciones semejantes. Las lecturas se realizan empleando un turbidímetro calibrado con una suspensión de referencia de formacina preparada bajo condiciones específicas. El polímero de formacina es la referencia de turbiedad más aceptada, debido a que es fácil prepararlo y tiene propiedades reproducibles de dispersión de la luz, en comparación con otros como arcilla o agua turbia natural.

La turbiedad de una suspensión de concentración específica de formacina se define como el equivalente a 40 UNT.

**9.4.2** Interferencias.

**9.4.2.1.** La presencia de residuos flotantes y materia fina las cuales pueden sedimentarse rápidamente darán lecturas bajas. El color verdadero, es decir el color del agua debido a sustancias disueltas que absorben luz, causará valores bajos de turbiedad.

**9.4.2.2.** Existen algunas fuentes de error como son la presencia de burbujas en las paredes de la celda al momento de realizar la lectura, empañamiento de las celdas, suciedad del vidrio y los efectos de vidriación alteran la visibilidad superficial de la muestra originando errores en las lecturas.

**9.4.3** Equipo.

**9.4.3.1** Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg.

**9.4.3.2** Turbidímetro: La sensibilidad del instrumento debe permitir la detección de diferencias de turbiedad de 0,02 unidades y debe de cubrir un intervalo de 0 a 40 unidades. Equipado con una lámpara de tungsteno. El detector y sistema de filtro debe tener una respuesta pico entre 400 y 600 nm.

**9.4.4** Materiales.

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

**9.4.4.1** Celdas de vidrio de cristal incoloro y transparente, deben mantenerse limpios por dentro y por fuera y evitar que se rayen o estrellen.

**9.4.4.2** Material común de laboratorio.

**9.4.5** Reactivos.

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada libre de turbiedad.

**9.4.5.1** Sulfato de hidracinio ( $N_2H_6SO_4$ ) Compuesto sumamente tóxico con características cancerígenas por lo que debe manipularse con extremo cuidado, evitando su inhalación, ingestión y contacto con ojos, piel y mucosas.

**9.4.5.2** Hexametilentetramina ( $C_6H_{12}N_4$ )

**9.4.5.3** Agua libre de turbiedad.

Se obtiene filtrando agua destilada a través de un filtro de tamaño de poro de 0,2  $\mu$ m. Verificar que tiene una turbiedad menor a la del agua destilada.

**9.4.5.4** Suspensión patrón concentrada de formacina de 400 UNT.

Solución I. Pesar 1,0 g de sulfato de hidracinio, disolver en agua y llevar a un volumen de 100 mL.

Solución II. Pesar 10,0 g de hexametilentetramina, disolver en agua y llevar a un volumen de 100 mL.

Mezclar en un matraz volumétrico de 100 mL, 5 mL de la solución I y 5 mL de la solución II, dejar en reposo 24 horas a 25  $\pm$  3°C y llevar al volumen con agua. Preparar la solución y suspensión mensualmente.

**9.4.5.5** Suspensiones patrón de turbiedad de 40 UNT.

Diluir 10,0 mL de la suspensión patrón concentrada a 100 mL con agua. Preparar semanalmente.

**9.4.5.6** Patrones de turbiedad diluidas.

Diluir porciones de la suspensión patrón de turbiedad con agua libre de turbiedad. Prepararlas semanalmente.

**9.4.6** Procedimiento.

**9.4.6.1** Calibración del Turbidímetro.

Seguir las instrucciones del fabricante. Si la escala no está precalibrada, preparar curvas de calibración para cada rango del instrumento. Corroborar la exactitud de las escalas proporcionadas para los instrumentos precalibrados usando el patrón apropiado. Desarrollar al menos un patrón en cada intervalo.

**9.4.6.2** Medición de la Turbiedad menor de 40 UNT.

Agitar perfectamente la muestra. Esperar hasta que las burbujas desaparezcan y vaciar la muestra en la celda del aparato. Leer la turbiedad directamente de la escala del instrumento o de la curva de calibración apropiada.

**9.4.6.3** Medición de la Turbiedad mayor de 40 UNT.

Diluir la muestra con agua hasta que la turbiedad se encuentre entre 30 y 40 UNT. Calcular la turbiedad de la muestra original con el factor de dilución correspondiente. Usar la suspensión patrón concentrada de turbiedad de 400 UNT.

#### 9.4.7 Cálculos

$$\text{Unidades Nefelométricas de Turbiedad} = \frac{(A) (B+C)}{C}$$

En donde:

A= UNT encontradas en la muestra.

B= Volumen final en mL de la dilución realizada.

C= Volumen en mL de muestra tomada para la dilución.

#### 9.4.8 Expresión de resultados.

Reportar los resultados de la siguiente forma con la precisión correspondiente.

Margen de turbiedad UNT	Informe de cifra UNT más próxima
0-1,0	0,05
1-10	0,1
10-40	1
40-100	5
100-400	10
400-1000	50
### 1000	100

Reportar el resultado como:

Unidades de UNT.
------------------

#### 9.5 Determinación de boro. método de curcumina.

##### 9.5.1 Principio del método.

La muestra de agua conteniendo boro es acidificada y evaporada en la presencia de curcumina, formando un producto de coloración roja llamado rosociacina. La rosociacina es disuelta en un solvente adecuado y el color rojo es medido espectrométricamente a una longitud de onda de 540 nm.

##### 9.5.2 Interferencias.

**9.5.2.1** Interfieren concentraciones de nitrógeno de nitrato por arriba de 20 mg/L.

**9.5.2.2** Se obtienen resultados significativamente altos cuando la dureza total expresada como calcio y magnesio excede de 100 mg/L como CaCO<sub>3</sub>.

**9.5.2.3** Niveles moderados de dureza pueden causar un considerable porcentaje de error en el intervalo bajo de boro.

##### 9.5.3 Equipo.

**9.5.3.1.** Espectrómetro UV-Visible para ser usado a 540 nm, con celdas de vidrio de 1 cm de paso de luz.

**9.5.3.2.** Baño de agua con temperatura controlada.

**9.5.3.3.** Balanza analítica con una precisión de 0,1 mg.

##### 9.5.4 Materiales.

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

**9.5.4.1** Material común de laboratorio.

**9.5.4.2** Cápsulas de evaporación de níquel o platino de 100 a 150 mL.

**9.5.4.3** Micropipeta calibrada.

**9.5.5** Reactivos.

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada.

**9.5.5.1** Acido bórico grado ACS ( $H_3BO_3$ )

**9.5.5.2** Curcumina ( $C_{21}H_{20}O_6$ )

**9.5.5.3** Acido oxálico dihidratado ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ )

**9.5.5.4** Etanol ( $C_2H_6O$ )

**9.5.5.5** Acido clorhídrico concentrado (HCl).

**9.5.5.6** Solución madre de boro de 100 ###g/mL.

Disolver 571,6 mg de ácido bórico en agua y llevar a un volumen de 1L. Guardar en frasco de polietileno.

**9.5.5.7** Solución patrón de boro de 1 ###g/mL.

Diluir 10 mL de solución madre a 1 L con agua. Guardar en frasco de polietileno.

**9.5.5.8** Reactivo de curcumina.

Disolver 40 mg de polvo fino de curcumina y 5 g de ácido oxálico en 80 mL de etanol. Adicionar 4,0 mL de ácido clorhídrico y llevar a un volumen de 100 mL. El reactivo se mantiene estable por varios días almacenado en refrigeración.

**9.5.6** Procedimiento.

**9.5.6.1** Preparación de la curva de calibración.

Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de boro y agua en cápsulas de evaporación, de acuerdo con la tabla No. 1.

**Tabla No. 1**

<b>Crisol</b>	<b>mL de solución patrón de boro</b>	<b>mL de agua</b>	<b>###g boro</b>
1	0,0	1,0	Blanco
2	0,10	0,90	0,10
3	0,25	0,75	0,25
4	0,50	0,50	0,50
5	0,75	0,25	0,75
6	1,0	0,0	1,0

**9.5.6.2** Preparación de la muestra.

Filtrar y medir exactamente 1 mL de muestra y 1 mL de agua destilada (blanco de muestras) en cápsulas de evaporación.

**9.5.6.3** Desarrollo de color.

**9.5.6.3.1** Añadir 4 mL de reactivo de curcumina a cada crisol que contiene la muestra, el blanco de muestras y las soluciones patrón. Mezclar el contenido vigorosamente.

**9.5.6.3.2** Colocar las cápsulas en un baño de agua a 55 ### 2°C y dejar incubando por espacio de 80 minutos.

**9.5.6.3.3** Enfriar las cápsulas a temperatura ambiente, adicionar 10 mL de etanol a cada cápsula, agitando con varilla de plástico para asegurar la completa disolución del producto de coloración roja obtenido.

**9.5.6.3.4** Trasvasar analíticamente a matraces volumétricos de 25 mL y llevar al volumen con etanol.

**9.5.6.4** Acondicionamiento del método.

**9.5.6.4.1** Fijar la longitud de onda del equipo a 540 nm de acuerdo con las instrucciones del manual de operación.

**9.5.6.4.2** Ajustar el instrumento a 0 de absorbancia con el blanco de patrones.

**9.5.6.4.3** Leer las soluciones patrón de menor a mayor concentración y registrar al menos tres réplicas de la absorbancia de cada uno.

**9.5.6.4.4** Elaborar una curva de calibración graficando el promedio de absorbancia para cada solución patrón en función de su concentración (en ###g de boro).

**9.5.6.4.5** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.5.6.4.6** Leer del mismo modo las muestras y blanco de muestras. Si la lectura de alguna de las muestras rebasa el intervalo de trabajo, diluir a una concentración adecuada con etanol (factor de dilución).

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

#### **9.5.7** Cálculos

De la ecuación de la recta obtenida.

$$y = mx + b$$

Donde:

y = Absorbancia obtenida en la muestra ya procesada.

m = Pendiente (coeficiente de absortividad).

x = ###g de boro en la muestra.

b = Ordenada al origen.

Despejar x para obtener los ###g de boro en la muestra.

Para obtener la concentración de boro en mg/L aplicar la siguiente ecuación:

$$\text{mg boro/L} = \frac{(A-B)}{\text{mL muestra}} \times \text{F.D.}$$

en donde:

A = ###g de boro en la muestra obtenidos de la curva.

B = ###g de boro en el blanco de muestras obtenidos de la curva.

F.D. = Factor de dilución.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del elemento en mg/L.

**9.5.8** Expresión de resultados.

mg de boro / L
----------------

**9.6** Determinación de fluoruros.

**9.6.1 Principio del método****9.6.1.1 Método espectrométrico.**

Se basa en la reacción entre el ion fluoruro y los iones zirconio en medio ácido para producir un compuesto colorido que es medido espectrométricamente a una longitud de onda de 570 nm.

**9.6.1.2 Método potenciométrico.**

El ion fluoruro es determinado potenciométricamente usando un electrodo de ion selectivo para fluoruros, en combinación con un electrodo de referencia o combinado.

**9.6.2 Equipo.****9.6.2.1 Balanza analítica con sensibilidad de ### 0,1 mg.****a) Para método espectrométrico.****9.6.2.2 Espectrómetro de UV-Visible para ser usado a 570 nm con celdas de 1 cm de paso óptico.****b) Para método potenciométrico.**

**9.6.2.3** Potenciómetro con escala expandida en milivoltios o analizador de ion específico o bien un electrodo combinado.

**9.6.2.4 Electrodo específico de flúor (combinado o simple).****9.6.2.5 Electrodo de referencia (cuando no se cuenta con electrodo de flúor combinado).****9.6.2.6 Agitador magnético.****9.6.3 Materiales.****9.6.3.1 Vasos de precipitados de 50 o 25 mL.****9.6.3.2 Vasos de precipitados de 1000 mL.****9.6.3.3 Matraces volumétricos de 100, 500 y 1000 mL.****9.6.3.4 Bureta de 50 mL graduada en 0,1 mL.****9.6.3.5 Pipetas volumétricas de 1, 5, 10 y 20 mL.****9.6.3.6 Barra magnética.**

Se recomienda que el material sea de Nalgene.

**9.6.4 Reactivos.**

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada.

**9.6.4.1 Fluoruro de sodio anhidro (NaF).****9.6.4.2 Solución madre de fluoruros de 100 ###g F<sup>-</sup>/mL.**

Disolver 221,0 mg de NaF en agua destilada y llevar a un volumen de 1 L.

**9.6.4.3 Solución patrón de fluoruros de 10 ###g F<sup>-</sup>/mL.**

Medir 10 mL de solución madre y llevar a un volumen de 100 mL.

**a) Reactivos para método espectrométrico.****9.6.4.4 Sal trisódica del ácido 1,8-dihidroxi-2-(4- sulfofenilazo) naftalen-3,6-disulfónico (SPANDS).****9.6.4.5 Acido clorhídrico concentrado (HCl).****9.6.4.6 Oxiclورو de zirconio IV octahidratado (ZrOCl<sub>2</sub> · 8H<sub>2</sub>O).****9.6.4.7 Arsenito de sodio (NaAsO<sub>2</sub>).****9.6.4.8 Solución de SPANDS.**

Disolver 958 mg de sal trisódica del ácido 1,8-dihidroxi-2-(4-sulfofenilazo) naftalen-3,6-disulfónico en agua destilada y llevar a un volumen de 500 mL. Esta solución es estable indefinidamente si se conserva protegida de la luz.

**9.6.4.9** Reactivo de ácido zirconílico.

Disolver 133 mg de Oxiclورو de zirconio IV octahidratado en aproximadamente 25 mL de agua. Adicionar 350 mL de HCl concentrado y llevar a un volumen de 500 mL con agua.

**9.6.4.10** Reactivo de ácido zirconílico-SPANDS.

Mezclar volúmenes iguales de solución de SPANDS y reactivo de ácido zirconílico. La solución es estable al menos 2 años si se almacena en refrigeración.

**9.6.4.11** Solución de referencia.

Adicionar 10 mL de solución de SPANDS a 100 mL de agua. Diluir por separado 7 mL de HCl concentrado a 10 mL de agua y adicionarlo a la solución de SPANDS. Utilizar esta solución como blanco de reactivos.

**9.6.4.12** Solución de arsenito de sodio.

Disolver 5,0 g de arsenito de sodio y llevar a un volumen de 1 L con agua.

**b)** Reactivos para método potenciométrico.

**9.6.4.13** Acido acético glacial ( $C_2H_4O_2$ )

**9.6.4.14** Acido 1,2 ciclohexilendiaminotetracético (CDTA).

**9.6.4.15** Hidróxido de sodio 6N.

Disolver 120 g de hidróxido de sodio en agua y llevar a un volumen de 500 mL.

**9.6.4.16** Cloruro de sodio (NaCl).

**9.6.4.17** Solución amortiguadora (TISAB II).

Colocar aproximadamente 500 mL de agua en un vaso de 1 L. Añadir 57 mL de ácido acético glacial, 58 g de NaCl y 4,0 g de CDTA. Agitar para disolver. Colocar el vaso en baño de agua fría y ajustar el pH de la solución entre 5,0 y 5,5 adicionando lentamente NaOH 6N (aproximadamente 125 mL) con agitación. Trasvasar a un matraz volumétrico de 1 L y llevar al volumen con agua. Puede obtenerse preparado comercialmente.

**9.6.5** Procedimiento.

**9.6.5.1** Preparación de la curva de calibración para método espectrométrico.

Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de fluoruros de acuerdo con la tabla No. 1 y llevar a un volumen de 100 mL con agua.

**Tabla No. 1**

Matraz	mL de solución intermedia de fluoruros	###g F/mL
1	0	Blanco
2	1	0,10
3	2	0,20
4	4	0,40
5	8	0,80
6	14	1,40

**9.6.5.2** Preparación de la curva de calibración para método potenciométrico.

Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de fluoruros (10 ###g F-/mL) midiendo con bureta de acuerdo con la tabla No. 2 en matraces volumétricos de 100 mL y llevar al volumen con agua.

**Tabla No. 2**

Matraz	mL de solución patrón de fluoruros (10 ###g F-/mL)	###g F-/mL
1	0,1	0,01
2	1,0	0,10
3	10,0	1,0
4	50,0	5,0
5	100,0	10,0

Adicionar a cada matraz 50 mL de solución amortiguadora y llevar al volumen con agua destilada.

**9.6.5.3** Determinación de fluoruros por método espectrométrico. Desarrollo de color.

**9.6.5.3.1** Si la muestra de agua contiene cloro residual, adicionar una gota de solución de arsenito de sodio por cada mg de Cl y mezclar (concentraciones de arsenito de sodio de 1,300 mg/L producen un error de 0,1 mg/L a 1,0 mg/L de F<sup>-</sup>).

**9.6.5.3.2** Medir 50 mL de muestra, 50 mL de agua destilada (blanco de muestras) y 50 mL de cada una de las soluciones patrón.

**9.6.5.3.3** Adicionar 10 mL de reactivo de ácido zirconílico-SPANDS. Mezclar.

**9.6.5.3.4** Medir la absorbancia a una longitud de onda 570 nm.

**9.6.5.4** Determinación de fluoruros por método potenciométrico.

**9.6.5.4.1** Calibrar el potenciómetro de acuerdo al manual de operación y ajustar la temperatura, de preferencia a temperatura ambiente. En el caso de tomar lecturas en RMV (milivolts relativos), calibrar el aparato con solución de 1 ###g de flúor (sin solución amortiguadora y registrar en el aparato una lectura de 100 RMV).

**9.6.5.4.2** Tomar 10 mL (con pipeta volumétrica) de cada una de las concentraciones de la curva y colocarlas en vasos de precipitados de 30 mL (nalgene), y adicionar a cada uno 10 mL de la solución amortiguadora.

**9.6.5.4.3** Mezclar cada solución con agitador magnético. Sumergir los electrodos y dejar que se estabilicen por lo menos tres minutos, o esperar la indicación del aparato, antes de efectuar la lectura en RMV o mg/kg. Mantener la agitación durante la lectura.

**9.6.5.4.4** Aplicar el mismo procedimiento para las muestras de agua o de hielos.

**9.6.5.4.5** Acondicionamiento de los métodos.

**9.6.5.4.5.1** Leer las soluciones patrón de menor a mayor concentración y registrar la lectura. Obtener una curva de calibración con absorbancia o mv contra concentración.

**9.6.5.4.5.2** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante mínimos cuadrados. Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.6.5.4.5.3** Seguir el mismo procedimiento para dos réplicas de cada muestra. Si la lectura de alguna de las muestras rebasa el intervalo de comparación, diluir a una concentración adecuada (tomar en cuenta el factor de dilución).

**9.6.5.4.5.4** Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

**9.6.6** Cálculos.

Cálculos para el método potenciométrico usando lecturas en RMV.

De la ecuación de la recta obtenida.

$$y = mx + b$$

en donde:

$$y = \text{logaritmo } \text{###mg F/10 mL###}$$

m y b = son constantes obtenidas en el ajuste con mínimos cuadrados.

x = lectura en RMV.

Para obtener la concentración de mg F/L aplicar las siguientes ecuaciones:

**a) Método espectrométrico:**

$$\text{mg F-/L} = \frac{(A-B) \times F.D.}{\text{mL muestra}}$$

**b) Método potenciométrico.**

**1) Cuando se utiliza un potenciómetro con escala en milivolts.**

$$\text{mg F/L} = \text{###antilog (mx+b)###}$$

$$\text{mg F/L} = \text{antilog } \text{###m(RMV) + b###}$$

en donde:

Antilog = operación directa de calculadora obtenida por  $10^x$

m y b = son constantes obtenidas en el ajuste con mínimos cuadrados.

RMV = milivolts relativos (para muestras y patrones de la curva).

**9.6.7 Expresión de resultados.**

mg/L de fluoruros como F<sup>-</sup>

**9.7 Determinación de cianuros totales.**

**9.7.1 Principio del método**

**9.7.1.1 Método espectrométrico.**

Los cianuros son liberados como HCN (ácido cianhídrico) por reflujo de la muestra con un ácido fuerte. El HCN se absorbe en una disolución de NaOH. El ion cianuro en la disolución absorbente se hace reaccionar con cloramina-T a un pH menor de 8 para formar el cloruro de cianógeno. Después de que la reacción termina, se adiciona el reactivo de ácido piridin barbitúrico formando un compuesto colorido que es medido espectrométricamente a una longitud de onda de 578 nm.

**9.7.1.2 Método potenciométrico.**

Los cianuros son liberados como HCN por reflujo de la muestra con un ácido fuerte. El HCN se absorbe en una disolución de NaOH. El ion cianuro es determinado usando un electrodo selectivo de ion específico para CN<sup>-</sup>, en combinación con un electrodo de referencia.

**9.7.2 Interferencias.**

**9.7.2.1** Los agentes oxidantes pueden destruir la mayoría de los cianuros durante el almacenamiento y la manipulación.

**9.7.2.2** Una elevada concentración de carbonato puede afectar la destilación causando gasificación excesiva cuando se añade el ácido. El dióxido de carbono liberado puede reducir significativamente el contenido de NaOH del absorbedor.

**9.7.2.3** Las muestras que contengan ácido sulfhídrico o sulfuros metálicos deben tratarse mediante la adición de nitrato de bismuto antes de la destilación.

**9.7.2.4** La presencia de nitratos y/o nitritos pueden interferir en los resultados. Esta interferencia puede eliminarse por medio de un pretratamiento con ácido sulfámico.

**9.7.3** Equipo.

**9.7.3.1** Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

**9.7.3.2** Balanza granataria con precisión de 0,1 g.

**9.7.3.3** Mantilla o parrilla de calentamiento.

**9.7.3.4.** Aparato de destilación por reflujo o equivalente. El matraz de destilación Claisen modificado debe ser de 1 L de capacidad con un tubo de entrada y un condensador. El absorbedor de gas puede ser un frasco lavador de gases Fisher-Milligan o su equivalente.

**9.7.3.5** Equipo de vacío para el arrastre de gases en el destilador durante el pretratamiento de la muestra.

**a)** Para método espectrométrico.

**9.7.3.6** Espectrómetro UV-Visible disponible para utilizarse a 578 nm con celdas de 1 cm de paso óptico.

**b)** Para método potenciométrico.

**9.7.3.7** Potenciómetro con escala expandida en mV o un medidor de ion específico.

**9.7.3.8** Electrodo específico de cianuros (combinado o simple).

**9.7.3.9** Electrodo de referencia (cuando no se cuenta con un electrodo de cianuros combinado).

**9.7.3.10** Parrilla de agitación magnética.

**9.7.4** Materiales.

**9.7.4.1.** Vasos de precipitados de 50 o 25 mL.

**9.7.4.2.** Vasos de precipitados de 1000 mL.

**9.7.4.3.** Matraces volumétricos de 100, 500 y 1000 mL.

**9.7.4.4.** Bureta de 50 mL graduada en 0,1 mL.

**9.7.4.5.** Pipetas volumétricas de 1, 5, 10 y 20 mL.

**9.7.4.6.** Barra magnética.

**9.7.5** Reactivos.

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada.

**9.7.5.1** Cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ )

**9.7.5.2** Cianuro de potasio (KCN). Reactivo altamente tóxico, evitar el contacto o su inhalación.

**9.7.5.3** Acido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ ).

**9.7.5.4** Acido sulfámico ( $H_2NSO_3H$ ).

**9.7.5.5** Cloruro de magnesio hexahidratado ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ).

**9.7.5.6** Hidróxido de sodio (NaOH).

**9.7.5.7** Nitrato de bismuto [ $(Bi)NO_3$ ]<sub>3</sub> ]

**9.7.5.8** Cloruro de potasio (KCl). Secado a 110 °C durante 2 horas.

**9.7.5.9** Nitrato de plata ( $AgNO_3$ ).

**9.7.5.10** Solución patrón de nitrato de plata 0.1 N.

Disolver 17 g de  $AgNO_3$  en agua y llevar a un volumen de 1L. Guardar la solución en frasco color ámbar y en refrigeración.

Valoración:

Pesar por quintuplicado 0,3 g de KCl y transferir a matraces Erlenmeyer de 250 mL.

Adicionar 1 mL de solución de cromato de potasio y titular con la solución patrón de ( $AgNO_3$ ) 0.1 N hasta la aparición de la primera coloración rojo-café permanente.

Preparar un blanco de reactivos utilizando 75 mL de agua conteniendo 1 mL de solución de cromato de potasio. Restar este valor.

Calcular la normalidad de la solución aplicando la siguiente ecuación:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{g_{\text{KCl}} \times 1000}{\text{mL}_{\text{AgNO}_3} \times 74.55}$$

**9.7.5.11** Solución patrón de  $\text{AgNO}_3$  0,02 N.

De acuerdo a la valoración obtenida anteriormente, calcular el volumen de solución patrón de 0,1N (Aprox. 20 mL), diluir a un volumen de 100 mL con agua.

**9.7.5.12** Solución madre de 1 mg  $\text{CN}^-$ /mL.

Disolver 1,6 g de NaOH y 2,51 g de KCN en un matraz volumétrico de 1 L. Llevar al volumen con agua.

Valoración de la solución.

Medir 25 mL de esta solución y diluir a 100 mL con solución diluida de NaOH. Titular con solución valorada de  $\text{AgNO}_3$  0,02 N. Esta solución deberá valorarse semanalmente.

1 mL de sol  $\text{AgNO}_3$  0,02N equivale a 1,04 mg de  $\text{CN}^-$

**9.7.5.13** Solución de cromato de potasio al 5%.

Pesar 5 g  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  de y disolver en 100 mL de agua.

**9.7.5.14** Papel indicador de sulfuros (nitrato de plomo, acetato de plomo, etc.)

**9.7.5.15** Solución de hidróxido de sodio 1N.

Pesar aproximadamente 40,0 g de hidróxido de sodio, disolver y llevar a un volumen de 1 L con agua previamente hervida por dos horas para eliminar la presencia de  $\text{CO}_2$  (dióxido de carbono).

**9.7.5.16** Solución de nitrato de bismuto.

Pesar aproximadamente 30,0 de nitrato de bismuto, disolver en 100 mL de agua, manteniéndose en agitación, adicionar 250 mL de ácido acético glacial. Agitar hasta que se disuelva el nitrato de bismuto y llevar a un volumen de 1 L con agua.

**9.7.5.17** Solución de ácido sulfámico.

Pesar aproximadamente 40,0 g de ácido sulfámico, disolver en 500 mL de agua y llevar a un volumen de 1 L.

**9.7.5.18** Acido sulfúrico 1:1.

Añadir lentamente 500 mL de ácido sulfúrico concentrado a 500 mL de agua.

**9.7.5.19** Solución de cloruro de magnesio.

Pesar aproximadamente 510,0 g de cloruro de magnesio, disolver y aforar a 1 L con agua.

**9.7.5.20** Solución diluida de hidróxido de sodio 0,04 N.

Pesar aproximadamente 1,6 g de hidróxido de sodio, disolver y llevar a un volumen de 1 L con agua previamente hervida por dos horas para eliminar la presencia de  $\text{CO}_2$ .

a) Reactivos para método espectrométrico.

**9.7.5.21** Cloramina T trihidratada ( $\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )

**9.7.5.22** Acido clorhídrico concentrado (HCl)

**9.7.5.23** Acido acético glacial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )

**9.7.5.24** Acido barbitúrico ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_3$ )

**9.7.5.25** Acetato de sodio trihidratado ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )

**9.7.5.26** Piridina ( $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ )

**9.7.5.27** Solución de cloramina T.

Pesar aproximadamente 1,0 g de cloramina T y llevar a un volumen de 100 mL con agua. Almacenar en refrigeración. Preparar semanalmente.

**9.7.5.28** Solución intermedia de cianuros de 10 ###g  $\text{CN}^-$ /mL.

Basado en la concentración para la solución madre de cianuros, calcular el volumen requerido (aproximadamente 10 mL) y llevar a 1 L con solución diluida de NaOH.

**9.7.5.29** Solución patrón de cianuros de 1 ###g CN<sup>-</sup>/mL.

Medir 10 mL de la solución intermedia de cianuros y llevar a un volumen de 100 mL con solución diluida de NaOH. Preparar diariamente y mantener en una botella de vidrio cerrada.

**9.7.5.30** Solución de ácido piridín-barbitúrico.

Pesar aproximadamente 15,0 g de ácido barbitúrico, colocar en un matraz volumétrico de 250 mL, lavar las paredes del matraz con máximo 5 mL de agua. Adicionar 75 mL de piridina y mezclar. Adicionar 15 mL de HCl concentrado, mezclar y dejar enfriar a temperatura ambiente. Diluir al volumen con agua y mezclar hasta que el ácido barbitúrico se disuelva. La solución es estable por aproximadamente seis meses almacenada en frasco ámbar y en refrigeración. Desechar si presenta precipitación.

**9.7.5.31** Solución amortiguadora de acetato de sodio.

Pesar aproximadamente 410,0 g de acetato de sodio, disolver y llevar a un volumen de 500 mL con agua. Ajustar a un pH de 4,5 con ácido acético glacial.

**b)** Reactivos para método potenciométrico.

**9.7.5.32** Nitrato de potasio (KNO<sub>3</sub>)

**9.7.5.33** Hidróxido de potasio (KOH).

**9.7.5.34** Solución intermedia de cianuros de 25 ###g CN<sup>-</sup>/mL.

Basado en la concentración para la solución madre de cianuros, calcular el volumen requerido (aproximadamente 25 mL) y llevar a 1 L con solución diluida de NaOH.

**9.7.5.35** Solución patrón de cianuros de 2,5 ###g CN<sup>-</sup>/mL.

Medir 10 mL de la solución intermedia de cianuros y llevar a un volumen de 100 mL con solución diluida de NaOH. Preparar diariamente y mantener en una botella de vidrio cerrada.

**9.7.5.36** Solución de nitrato de potasio.

Pesar 100 g de nitrato de potasio, disolver y aforar a 1 L con agua. Ajustar a pH 12 con hidróxido de potasio. Utilizar esta solución para llenado del electrodo de referencia.

**9.7.6** Procedimiento.

**9.7.6.1** Preparación de la curva de calibración para método espectrométrico.

Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de cianuros de acuerdo con la tabla No. 1 en matraces volumétricos de 50 mL. Diluir con 40 mL de solución diluida de NaOH y desarrollar el color como se indica en 5.6.4.

**Tabla No. 1**

Matraz	mL de solución patrón de KCN	###g CN <sup>-</sup> /mL
1	0,0	Blanco
2	1,0	0,02
3	2,5	0,05
4	5,0	0,10
5	7,5	0,15
6	10,0	0,20

**9.7.6.2** Preparación de la curva de calibración para método potenciométrico.

Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de cianuros de acuerdo con la tabla No. 2 en matraces volumétricos de 100 mL. Llevar al volumen con solución diluida de NaOH.

**Tabla No. 2**

Matraz	mL de solución patrón de KCN	###g CN <sup>-</sup> /mL.
--------	------------------------------	---------------------------

1	0	Blanco
2	1	0,025
3	5	0,125
4	10	0,25
5	60	1,25
6	100	2,5

### 9.7.6.3 Destilación de la muestra.

**9.7.6.3.1** Medir 500 mL de muestra, conteniendo no más de 10 mg CN<sup>-</sup>/L en el matraz de destilación de 1 L. En caso necesario diluir con agua (factor de dilución).

**9.7.6.3.2** Medir una alícuota de 10 mL de NaOH 1N, colocarla dentro del tubo de adsorción, añadir agua hasta que la espiral esté cubierta. No utilizar un volumen total de solución de adsorción mayor a 225 mL. Conectar el matraz de ebullición, el condensador, el absorbedor y la trampa, tal como se muestra en la figura.

**9.7.6.3.3** Ajustar la bomba de vacío, empezar con un flujo de aire lento que entre por el matraz tipo Claissen y dejar que se estabilice en dos burbujas de aire por segundo desde el tubo de entrada.

**9.7.6.3.4** Utilizar papel de nitrato de plomo para verificar que la muestra no contenga sulfuros. Si el papel se torna negro, la prueba es positiva; en este caso, tratar la muestra por adición de 50 mL de la solución de nitrato de bismuto a través del tubo de entrada de aire después de que la tasa de entrada de aire esté estable. Mezclar por 3 minutos antes de la adición de ácido sulfúrico. Otra forma de eliminar los sulfuros es colocar una trampa con una solución de acetato de plomo al 3% para capturar los sulfuros previo a la disolución alcalina.

**9.7.6.3.5** Si se sospecha que la muestra contiene nitratos y/o nitritos adicionar 50 mL de solución de ácido sulfámico. Mezclar por 3 minutos antes de la adición de ácido sulfúrico.

**9.7.6.3.6** Lentamente añadir ácido sulfúrico 1:1 a través del tubo para agregar reactivos. Lavar el tubo con agua y dejar el flujo de aire para que mezcle el contenido del matraz por 3 minutos. Adicionar 20 mL de la solución de cloruro de magnesio dentro del tubo de entrada de aire y lavar con vapor de agua.

**9.7.6.3.7** Calentar la solución hasta ebullición. Dejar en reflujo por lo menos una hora. Al cabo de este tiempo apagar la fuente de calor y continuar con el flujo de aire por lo menos durante 15 minutos más. Al finalizar enfriar el matraz de ebullición, desconectar el adsorbedor y cerrar la bomba de vacío.

**9.7.6.3.8** Drenar la solución del adsorbedor dentro de un matraz volumétrico de 250 mL. Lavar el adsorbedor con agua colectando en el mismo matraz. Llevar al volumen con agua.

**9.7.6.3.9** De la misma forma destilar una muestra de agua destilada (blanco de muestras).

### 9.7.6.4 Método espectrométrico. Desarrollo de color.

**9.7.6.4.1** Medir alícuotas de la solución obtenida en 9.7.6.3.8 y blanco de muestras en un matraz volumétrico de 50 mL, diluir a 40 mL con solución diluida de NaOH y seguir con lo señalado en los puntos 9.7.6.4.2 a 9.7.6.4.4.

**9.7.6.4.2** Adicionar 1 mL de solución amortiguadora de acetato de sodio y 2 mL de la solución de cloramina T, mezclar. Dejar estabilizar durante 2 minutos.

**9.7.6.4.3** Adicionar 5 mL del reactivo de ácido piridín barbitúrico y llevar al volumen con agua. Mezclar y dejar que la muestra se estabilice durante 8 minutos pero no más de 15 minutos.

**9.7.6.4.4** Leer la absorbancia a una longitud de onda de 578 nm.

### 9.7.6.5 Método potenciométrico.

**9.7.6.5.1** Calibrar el potenciómetro de acuerdo al manual de operación.

**9.7.6.5.2** Colocar 100 mL de las soluciones patrón, 100 mL de la muestra y 100 mL del blanco de muestras en vasos de precipitados de 250 mL. Ajustar la temperatura de preferencia a la temperatura ambiente.

**9.7.6.5.3** Mezclar cada solución con agitador magnético. Sumergir los electrodos y dejar que se establezca por lo menos 5 minutos pero no más de 10 minutos antes de efectuar la lectura en mV. Mantener la agitación durante la lectura.

**9.7.6.5.4** Retirar los electrodos, lavarlos con agua y secarlos. Realizar esta operación entre cada lectura.

**9.7.7** Acondicionamiento de los métodos.

**9.7.7.1** Leer las soluciones patrón de menor a mayor concentración y registrar al menos tres réplicas de la lectura de cada uno.

**9.7.7.2** Elaborar una curva de calibración, graficando el promedio de la lectura de absorbancia en función de su concentración en  $\text{###g CN}^-/\text{mL}$  (método espectrofotométrico) o el logaritmo de base 10 de cada una de las concentraciones en  $\text{###g CN}^-$  (ordenada, contra el potencial medido en mV (abscisa) de cada uno de los puntos de la curva patrón (método potenciométrico).

**9.7.7.3** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.7.7.4** Leer del mismo modo las muestras. Si la lectura de alguna de las muestras rebasa el intervalo de trabajo diluir a una concentración adecuada con solución diluida de NaOH (factor de dilución).

**9.7.7.5** Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

**9.7.8** Cálculos

De la ecuación de la recta obtenida.

$$y = mx + b$$

Donde:

y = Lectura en absorbancia (método espectrofotométrico) o logaritmo de la concentración en  $\text{###g CN}^-$  (método potenciométrico).

m = Pendiente

x =  $\text{###g CN}^-$  en la muestra (método espectrofotométrico) o lectura en mV de la muestra (método potenciométrico).

Para el método espectrofotométrico despejar x para obtener directamente los  $\text{###g CN}^-/\text{mL}$  en la muestra.

Para obtener la concentración de  $\text{mg CN}^-/\text{L}$  aplicar las siguientes ecuaciones:

a) Para método espectrométrico

$$\text{mg CN}^-/\text{L} = (A - B) \times \frac{50}{X} \times \frac{250}{Y} \times \text{F.D.}$$

b) Para método potenciométrico.

$$\text{mg CN}^-/\text{L} = (A - B) \times \frac{100}{X} \times \frac{250}{Y} \times \text{F.D.}$$

en donde:

A =  $\text{###g CN}^-/\text{mL}$  de la muestra obtenidos de la curva.

B =  $\text{###g CN}^-/\text{mL}$  del blanco de muestra obtenidos de la curva.

X = mL de la solución de  $\text{CN}^-$  absorbidas en la solución de NaOH obtenidos en la destilación.

Y = volumen de la muestra original en mL.

F.D. = Factor de dilución.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del componente en  $\text{mg/L}$ .

**9.7.9** Expresión de resultados.

mg/L de cianuros como CN<sup>-</sup>

## 9.8 Determinación de nitrógeno de nitrato. Método colorimétrico de brucina.

### 9.8.1 Principio del método.

El ion nitrato reacciona con brucina en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 100°C para formar un compuesto colorido el cual es medido a una longitud de onda de 410 nm. El método es aplicable a muestras con un contenido de 0,1 a 2 mg N- NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/L.

### 9.8.2 Interferencias.

Interfieren en la determinación:

#### 9.8.2.1 Todos los agentes reductores y oxidantes fuertes.

#### 9.8.2.2 La presencia de cloro residual en cantidades mayores a 5 mg/L.

9.8.2.3 Los iones ferroso y férrico y el manganeso cuadrivalente darán ligeras interferencias positivas, sin embargo en concentraciones menores a 1 mg/L son despreciables.

#### 9.8.2.4 Altas concentraciones de materia orgánica.

### 9.8.3 Equipo.

#### 9.8.3.1 Espectrómetro UV-Visible disponible para utilizarse a 410 nm, con celdas de 1 cm de paso de luz.

#### 9.8.3.2 Baño de agua con temperatura controlada.

### 9.8.4 Materiales.

#### 9.8.4.1 Tubos de borosilicato de 2,5 x 15 cm.

#### 9.8.4.2 Gradilla de neopreno para tubos.

#### 9.8.4.3 Material común de laboratorio.

### 9.8.5 Reactivos.

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada.

#### 9.8.5.1 Acido sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

#### 9.8.5.2 Sulfato de brucina.

#### 9.8.5.3 Acido sulfanílico (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>3</sub>S).

#### 9.8.5.4 Nitrato de potasio (KNO<sub>3</sub>)

#### 9.8.5.5 Acido sulfúrico 13 N.

Adicionar 500 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado a 125 mL de agua. Enfriar y mantener tapado herméticamente.

#### 9.8.5.6 Reactivo de brucina-ácido sulfanílico.

Disolver 1 g de sulfato de brucina y 0,1 g de ácido sulfanílico en 70 mL de agua. Almacenar en frasco color ámbar y en refrigeración. La solución es estable por varios meses.

#### 9.8.5.7 Solución madre de nitrato de 100 mg N-NO<sub>3</sub> /L.

Disolver 0,7218 g de KNO<sub>3</sub> en agua y llevar a un volumen de 1 L.

#### 9.8.5.8 Solución patrón de nitratos de 10 mg N-NO<sub>3</sub> /L.

Diluir 10 mL de solución stock a 100 mL con agua. Preparar semanalmente.

### 9.8.6. Procedimiento.

#### 9.8.6.1 Preparación de la curva de calibración.

Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de acuerdo con la tabla No. 1 y llevar a un volumen de 100 mL con agua.

Tabla No. 1

Matraz	mL de solución patrón de N-NO <sub>3</sub>	mg N-NO <sub>3</sub> /L
1	0,0	Blanco
2	1,0	0,1
3	5,0	0,5
4	10,0	1,0
5	15,0	1,5
6	20,0	2,0

**9.8.6.2** Preparación de la muestra.

Medir por separado y con pipeta volumétrica 10 mL de muestra y 10 mL de agua destilada (blanco de muestras), ajustar el pH a 7 con ácido acético (1+3) y llevar a 100 mL con agua. Si es necesario filtrar a través de poro de 0,45  $\mu$ m.

**9.8.6.3** Desarrollo de color.

**9.8.6.3.1** Medir con pipeta volumétrica 10 mL de cada solución patrón y 10 mL de cada una de las soluciones preparadas en 6.6.2.

**9.8.6.3.2** Colocar en un baño de agua en un intervalo de 0-10°C. Añadir 10 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 13 N en cada tubo y agitar. Permitir a los tubos alcanzar la temperatura ambiente.

**9.8.6.3.3** Adicionar 0,5 mL del reactivo de brucina y agitar.

**9.8.6.3.4** Preparar los mismos tubos pero sin la adición de brucina (tubos de control de color).

**9.8.6.3.5** Colocar la gradilla con todos los tubos en baño de agua hirviendo por exactamente 25 minutos.

**9.8.6.3.6** Al cabo de este tiempo transferir los tubos a un baño de agua fría y enfriar a 20-25°C.

**9.8.6.4** Acondicionamiento del método.

**9.8.6.4.1** Fijar la longitud de onda del equipo a 410 nm de acuerdo con las instrucciones del manual de operación.

**9.8.6.4.2** Ajustar el instrumento a 0 de absorbancia con el blanco de patrones.

**9.8.6.4.3** Leer las soluciones patrón de menor a mayor concentración y registrar al menos tres réplicas de la absorbancia de cada uno.

**9.8.6.4.4** Restar las absorbancias obtenidas con patrones sin la adición de brucina (absorbancia corregida).

**9.8.6.4.5** Elaborar una curva de calibración graficando el promedio de absorbancia corregida para cada solución patrón en función de su concentración (en mg de N-NO<sub>3</sub>).

**9.8.6.4.6** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.8.6.4.7** Leer las muestras y blanco de muestras y obtener del mismo modo la absorbancia corregida. Si la lectura de alguna de las muestras rebasa el intervalo de trabajo, diluir a una concentración adecuada con agua (factor de dilución).

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

**9.8.7** Cálculos.

De la ecuación de la recta obtenida.

$$y = mx + b$$

Donde:

y = Absorbancia corregida obtenida en la muestra ya procesada.

m = Pendiente (coeficiente de absortividad).

$x$  = mg de  $\text{N-NO}_3$  en la muestra.

$b$  = Ordenada al origen.

Despejar  $x$  para obtener directamente los mg de  $\text{N-NO}_3$  en la muestra.

Para obtener la concentración de  $\text{N-NO}_3$  en mg/L aplicar la siguiente ecuación:

$$\text{mg N-NO}_3 / \text{L} = (A-B) \times 10 \times \text{F.D.}$$

en donde:

$A$  = mg de  $\text{N-NO}_3$  en la muestra obtenidos de la curva.

$B$  = mg de  $\text{N-NO}_3$  en el blanco de muestras obtenidos de la curva.

F.D. = Factor de dilución.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del componente en mg/L.

#### 9.8.8 Expresión de resultados.

mg/L de nitratos como N
-------------------------

#### 9.9 Determinación de nitrógeno de nitritos.

##### 9.9.1 Principio del método.

El principio del método consiste en que los nitratos presentes reaccionan en medio ácido (pH 1,9 a 2,5), por diazotación con la sulfanilamida para formar una sal de diazonio, la cual por copulación con el diclorhidrato de  $\text{N-(1-naftil) etilendiamina}$  forma un colorante azoico de color púrpura rojizo que se mide espectrofotométricamente a una longitud de onda de 543 nm. Intervalo de trabajo de 1 a 25 ~~###~~gN- $\text{NO}_2$ .

##### 9.9.2 Interferencias.

**9.9.2.1** Por su propiedad de precipitación en las condiciones de la prueba interfieren los iones siguientes: férrico ( $\text{Fe}^{+3}$ ), mercurioso ( $\text{Hg}^+$ ), plata ( $\text{Ag}^+$ ), bismuto ( $\text{Bi}^+$ ), antimonioso ( $\text{Sb}^{+3}$ ), plomo ( $\text{Pb}^{2+}$ ), aúrico ( $\text{Au}^{+3}$ ), hexacloroplatinato ( $\text{PtCl}_6^{2-}$ ) y metavanadato ( $\text{VO}^{2+}$ ). Interfieren el método ciertas sustancias frecuentemente encontradas en muestras de agua principalmente: cloraminas, tiosulfatos, polifosfatos de sodio.

**9.9.2.2** El tricloruro de nitrógeno imparte una coloración roja falsa, cuando el orden normal de los reactivos es seguida.

**9.9.2.3** El ion cúprico puede causar bajos resultados por la catalización de la descomposición de la sal de diazonio.

##### 9.9.3 Equipo.

**9.9.3.1** Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

**9.9.3.2** Espectrómetro UV-Visible disponible para utilizarse a 543 nm con celdas de vidrio de 1 cm de paso de luz.

##### 9.9.4 Materiales.

**9.9.4.1** Matraces volumétricos de 50 mL.

**9.9.4.2** Papel filtro de poro medio.

**9.9.4.3** Material común de laboratorio.

##### 9.9.5 Reactivos.

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada.

**9.9.5.1** Hidróxido de amonio concentrado ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ).

**9.9.5.2** Nitrito de sodio ( $\text{NaNO}_2$ ). Secar a  $105^\circ\text{C}$  durante 2 horas.

**9.9.5.3** Acido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

**9.9.5.4** Hidróxido de sodio (NaOH).

**9.9.5.5** Acido clorhídrico concentrado (HCl).

**9.9.5.6** Permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ).

**9.9.5.7** Oxalato de sodio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ).

**9.9.5.8** Sulfato de aluminio y potasio dodecahidratado ( $\text{AlK}(\text{SO}_4)\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) o sulfato de aluminio y amonio dodecahidratado ( $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ).

**9.9.5.9** Sulfanilamida o 4 aminobencensulfonamida. ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ ).

**9.9.5.10** Diclorhidrato de N-(naftil) etilendiamina ( $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2$ ). NEDA. Reactivo tóxico, evitar su ingestión o contacto con la piel.

**9.9.5.11** Suspensión clarificadora de hidróxido de aluminio.

Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio o de sulfato de aluminio y amonio en 1 L de agua. Calentar a  $60^\circ\text{C}$  y adicionar 5 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado lentamente con agitación, dejar que la mezcla repose 3 horas y decantar. Lavar el precipitado con adiciones sucesivas de agua destilada con mezclado manual y decantación hasta que se encuentre libre de olores amoniacaes. Decantar la mayor cantidad posible de agua y almacenar la suspensión concentrada en un frasco herméticamente cerrado.

**9.9.5.12** Solución de ácido sulfúrico 0.1N.

Diluir 30 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y aforar a 1 L con agua.

**9.9.5.13** Solución de hidróxido de sodio 1N.

Pesar 40 g de NaOH, disolverlo, aforar a 1 L con agua, previamente hervida y enfiada.

**9.9.5.14** Solución de NEDA.

Disolver 500 mg de NEDA y aforar a 500 mL con agua, almacenar en frasco ámbar y poner en refrigeración a  $4^\circ\text{C}$ . Renovar la solución mensualmente o si aparece un color café intenso.

**9.9.5.15** Solución de oxalato de sodio 0,05N.

Secar aproximadamente 6 g de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  a  $105^\circ\text{C}$  por lo menos 1 hora; pesar 3,35 g, disolver y aforar a 1 L con agua.

**9.9.5.16** Solución de permanganato de potasio 0,05N.

Disolver 1,60 g de  $\text{KMnO}_4$  y aforar a 1 L con agua; almacenarlo en frasco color ámbar.

Valoración de la solución.

Medir 25 mL de la solución de oxalato de sodio, agregar 10 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, calentar a  $80^\circ\text{C}$ , titular con la solución de  $\text{KMnO}_4$  hasta la obtención de un color rosa tenue estable por 30 segundos. Calcular la concentración de  $\text{KMnO}_4$  ( $N_1$ ) con la siguiente ecuación:

$$N_1 = \frac{V_2 \times N_2}{V_1}$$

En donde:

$V_1$  = Volumen de la solución de  $\text{KMnO}_4$  en mL gastados en la titulación.

$V_2$  = Volumen de la solución de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (25 mL).

$N_1$  = Concentración de la solución de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (0,05N).

**9.9.5.17** Solución madre de nitritos de 250 ###g N- $\text{NO}_2$ /mL.

Pesar 1,2320 g de este reactivo, disolverlo y aforar a 1000 mL con agua. Preservar con 1 mL de cloroformo.

Valoración de la solución.

Tomar 50 mL de la solución de  $\text{KMnO}_4$  valorada (aproximadamente 0,05 N); transferir a un matraz Erlenmeyer de 250 mL, agregar 5 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado y 50 mL de la solución madre de nitritos de tal

forma que la pipeta descargue bajo la superficie de la solución en el matraz, agitar y calentar hasta 80°C, titular con la solución de oxalato de sodio hasta decoloración; retitular el exceso de oxalato con la solución de  $\text{KMnO}_4$  hasta la obtención de un color rosa tenue estable por 30 segundos.

Calcular la concentración de la solución madre de nitritos ( $\text{Co}$ ) en mg/L con la siguiente ecuación:

$$\text{Co} = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) \times 7 \times 1000}{V_3}$$

En donde:

$N_1$  = Concentración de la solución de  $\text{KMnO}_4$  obtenida en la valoración (7.5.16.)

$N_2$  = Concentración de la solución de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (0,05 N).

$V_1$  = Volumen de solución de  $\text{KMnO}_4$  adicionado para la valoración de 50 mL, más el volumen empleado en la retitulación.

$V_2$  = Volumen de la solución de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  gastados en la valoración en mL.

$V_3$  = Volumen de la solución madre de nitritos que se valora (50 mL).

7 = Peso equivalente del nitrógeno.

1000 = Factor de conversión.

#### 9.9.5.18 Solución intermedia de nitritos de 50 ###g N- $\text{NO}_2$ /mL.

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

$$V = \frac{12,5}{\text{Co}}$$

En donde:

Co = Concentración de la solución madre de nitritos en mg/L.

Medir el volumen calculado (V) (aproximadamente 50 mL) de la solución madre de nitritos, diluir y aforar a 250 mL con agua.

Nota: Esta solución debe ser preparada al momento de utilizarse.

#### 9.9.5.19 Solución patrón de nitritos 0,5 ###g N- $\text{NO}_2$ /mL.

Diluir 10 mL de la solución intermedia de nitritos y llevar a 100 mL con agua. Preparar momentos antes de utilizarse.

### 9.9.6 Procedimiento.

#### 9.9.6.1 Preparación de la curva de calibración.

En matraces volumétricos de 50 mL preparar una serie de al menos 6 patrones de acuerdo a la tabla No. 1 eligiéndolos de acuerdo a la concentración de nitritos esperada en la muestra, a partir de la solución patrón de nitritos.

Tabla No. 1

Matraz	Volumen de solución patrón de nitritos (mL)	###g N- $\text{NO}_2$
1	0,0	Blanco
2	0,1	1,0
3	0,2	2,0
4	0,4	4,0
5	0,7	7,0
6	1,0	10,0
7	1,4	14,0
8	1,7	17,0
9	2,0	20,0

10	2,5	25,0
----	-----	------

#### 9.9.6.2 Pretratamiento de la muestra.

**9.9.6.2.1** La muestra debe estar libre de turbiedad y color, para lograr éstos, pasarla a través de membranas de 0,45 µm de poro, filtros de fibra de vidrio o adicionar 2 mL o la cantidad necesaria de suspensión clarificadora a aproximadamente 100 mL de la muestra con agitación y filtrar a través de papel de poro medio. Si existe color en la muestra continuar con el procedimiento y efectuar la corrección establecida en 7.6.5.

**9.9.6.2.2** Neutralizar el filtrado a un pH aproximado de 7,0 con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N o NaOH 1N.

#### 9.9.6.3 Tratamiento de la muestra.

De la solución obtenida anteriormente tomar una porción de muestra, dependiendo del contenido esperado de nitritos según la Tabla No. 2.

**Tabla No. 2**

Contenido de N-NO <sub>2</sub> en la muestra mg/L	Volumen de muestra necesario mL
0,05	40
0,10	25
0,50	10
1,00	5

#### 9.9.6.4 Desarrollo de color.

**9.9.6.4.1** Adicionar 1 mL de la solución de sulfanilamida y agitar varias veces. Permitir que la mezcla reaccione por más de 2 minutos pero no más de 8 minutos.

**9.9.6.4.2** Adicionar 1 mL de NEDA y agitar varias veces. Ajustar el pH esté entre 1,9 y 2,5. Dejar reposar por lo menos 10 minutos pero no más de 1 hora. Llevar al volumen de agua y mezclar. Se obtiene una coloración rojo púrpura que indica la presencia de nitritos.

#### 9.9.6.5 Corrección por color.

**9.9.6.5.1** En caso de que la muestra presente color y si éste persiste en la muestra pretratada, esto puede interferir con la medición de la absorbancia.

**9.9.6.5.2** Tratar otro volumen igual de muestra como se describe en 7.6.3. En lugar de agregar las soluciones de sulfanilamida y NEDA adicionar 1 mL de HCl al 10% y leer la absorbancia.

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

$$A = A_m - A_b - A_c$$

En donde:

A= Absorbancia corregida.

A<sub>m</sub>= Absorbancia de la muestra determinada.

A<sub>b</sub>= Absorbancia del blanco.

A<sub>c</sub>= Absorbancia de la muestra empleada para corrección de color; en caso de muestras sin color A<sub>c</sub>=0.

#### 9.9.6.6 Acondicionamiento del método.

**9.9.6.6.1** Fijar la longitud de onda del equipo a 543 nm de acuerdo con las instrucciones del manual de operación.

**9.9.6.6.2** Ajustar el instrumento a 0 de absorbancia con el blanco de patrones.

**9.9.6.6.3** Leer las soluciones patrón de menor a mayor concentración y registrar al menos tres réplicas de la absorbancia de cada uno.

**9.9.6.6.4** Elaborar una curva de calibración graficando el promedio de absorbancia para cada solución patrón en función de su concentración en ###g N-NO<sub>2</sub>.

**9.9.6.6.5** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.9.6.6.6** Leer del mismo modo las muestras y blanco de muestras. Si la lectura de alguna de las muestras rebasa el intervalo de trabajo, diluir a una concentración adecuada con agua (factor de dilución).

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

**9.9.7 Cálculos.**

De la ecuación de la recta obtenida.

$$y = mx + b$$

Donde:

y = Absorbancia obtenida en la muestra ya procesada.

m = Pendiente (coeficiente de absortividad).

x = ###g de N-NO<sub>2</sub> en la muestra.

b = Ordenada al origen.

Despejar x para obtener directamente los ###g de N-NO<sub>2</sub> en la muestra.

Para obtener la concentración de N-NO<sub>2</sub> en mg/L aplicar la siguiente ecuación:

$$\text{mg N-NO}_2 / \text{L} = \frac{(A-B)}{\text{mL muestra}} \times \text{F.D.}$$

en donde:

A = ###g de N-NO<sub>2</sub> en la muestra obtenidos de la curva.

B = ###g de N-NO<sub>2</sub> en el blanco de muestras obtenidos de la curva.

F.D. = Factor de dilución.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del componente en mg/L.

**9.9.8 Expresión de resultados.**

mg/L de nitritos como N
-------------------------

**9.10 Determinación de cloro residual. Método colorimétrico con DFD.****9.10.1 Principio del método.**

Se basa en la reacción del cloro libre disponible con el indicador N### N###-Dietil-p-fenildiamina (DFD) en ausencia de ion yoduro para formar un compuesto de coloración roja el cual es medido espectrométricamente a una longitud de onda de 515 nm.

**9.10.2 Interferencias.**

Existen interferencias por cobre en concentraciones mayores de 10 mg/L, esto se evita adicionando EDTA a los reactivos.

**9.10.3 Equipo.**

Espectrómetro de UV-Visible disponible para utilizarse a 515 nm con celdas de 1 cm de paso de luz.

**9.10.4 Materiales.**

Material común de laboratorio.

**9.10.5 Reactivos.**

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entienda agua destilada libre de cloro.

**9.10.5.1** Fosfato dibásico de sodio (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>).

**9.10.5.2** Fosfato monobásico de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>).

**9.10.5.3** Cloruro de mercurio II (HgCl<sub>2</sub>).

**9.10.5.4** Oxalato de N,N-Dietil-1,4-fenilendiamonio (Oxalato de DFD). Puede emplearse también el sulfato pentahidratado de DFD o sulfato anhidro de DFD.

**9.10.5.5** Sal disódica del ácido etilendiamino tetraacético dihidratado (EDTA).

**9.10.5.6** Acido clorhídrico concentrado (HCl).

**9.10.5.7** Yoduro de potasio (KI) en cristales.

**9.10.5.8** Dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ). Secado a 100°C durante 2 horas.

**9.10.5.9** Acido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ ).

**9.10.5.10** Sulfato de amonio y hierro. SFA.  $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ .

**9.10.5.11** Acido fosfórico ( $H_3PO_4$ ).

**9.10.5.12** Difenilaminosulfonato de bario  $[(C_6H_5)_2NCH_2CH_2-SO_3]_2Ba$ .

**9.10.5.13** Almidón ( $C_6H_{10}O_5$ )<sub>n</sub>

**9.10.5.14** Acido acético glacial ( $C_2H_4O_2$ ).

**9.10.5.15** Tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3$ ).

**9.10.5.16** Agua libre de demanda de cloro.

Preparar agua libre de cloro a partir de agua destilada o desionizada de buena calidad, por medio de la adición de suficiente cloro para obtener una concentración de 5 mg/L de cloro libre. Después de guardada la solución durante dos días, ésta debe tener una concentración de al menos 2 mg/L de cloro libre; si esto no sucede, desechar y obtener una de mejor calidad. Remover los residuos de cloro en el agua colocando los envases a la luz solar o irradiándola con una lámpara de luz ultravioleta. Al cabo de varias horas tomar una muestra, añadir yoduro de potasio y medir el cloro total con un método colorimétrico. No utilizar el agua hasta haber eliminado las últimas trazas de cloro libre y combinado.

**9.10.5.17** Acido clorhídrico 1N.

Medir 86 mL de HCl concentrado y llevar a un volumen de 1L con agua.

**9.10.5.18** Solución amortiguadora de fosfatos.

Disolver 24 g de  $Na_2HPO_4$  y 46 g de  $KH_2PO_4$ . Disolver en agua. Pesar 800 mg de EDTA y mezclar con 100 mL de agua, añadir esta solución a la anterior. Aforar a 1 L con agua y adicionar 20 mg de cloruro de mercurio.

**9.10.5.19** Solución indicadora de DFD.

Pesar 1,0 g de oxalato de DFD o 1,5 g de sulfato de DFD pentahidratado o 1,1 g de sulfato anhidro de DFD y diluir en agua libre de cloro que contenga 8 mL de ácido sulfúrico 1:3 y 200 mg de EDTA. Llevar a un volumen de 1 L. Guardar en frasco color ámbar y desechar cuando la solución se decolore.

**9.10.5.20.** Solución de dicromato de potasio 0,1 N.

Pesar exactamente 4,904 g de dicromato de potasio y llevar a un volumen de 1 L.

**9.10.5.21.** Solución patrón de sulfato ferroso amónico (SAF).

Disolver 1,106 g de SAF en agua destilada que contenga 1 mL de solución de ácido sulfúrico 1+ 3 y llevar a 1 L con agua destilada recientemente hervida y enfriada. Esta solución es estable durante un mes.

Valoración de la solución.

En un matraz Erlenmeyer medir 100 mL de la solución de SAF y adicionar 10 mL de ácido sulfúrico (1+ 5), 5 mL de ácido fosfórico y 2 mL de solución indicadora de difenilaminosulfonato de bario. Titular con solución patrón primario de dicromato de potasio 0,100 N hasta la presencia de una coloración violeta persistente durante 30 segundos. Un ml de esta solución equivale a 100 mg Cl como  $Cl_2$ .

**9.10.5.22.** Solución indicadora de difenilaminosulfonato de bario 0,1%.

Pesar 0,1 g de difenilaminosulfonato de bario y diluir en 100 mL de agua.

**9.10.5.23** Solución patrón de tiosulfato de sodio 0,1 N.

Disolver aproximadamente 25 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  en 1 L de agua. Hervir vigorosamente durante 5 minutos y transferir aun caliente a un frasco color ámbar previamente limpiado con mezcla sulfocrómica y enjuagado con agua hervida. Almacenar en refrigeración.

Valoración de la solución.

Pesar por quintuplicado de 0,20 a 0,23 g de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  y colocar en frascos de yodo.

Disolver con 80 mL de agua libre de cloro y adicionar 2 g de KI. Añadir con agitación 20 mL de HCl 1N y colocar inmediatamente en oscuridad durante 10 minutos. Titular con la solución patrón de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , usando solución de almidón como indicador. Titular hasta la desaparición de la coloración azul.

Calcular la normalidad de la solución empleando la siguiente ecuación:

$$N = \frac{g \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 1000}{\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 49,032}$$

Calcular la normalidad promedio de las cinco titulaciones.

#### 9.10.5.24 Solución patrón de tiosulfato de sodio 0,025 N.

A partir de la normalidad calculada anteriormente, medir un volumen adecuado (aproximadamente 25 mL) de solución patrón de tiosulfato de 0,1N. Llevar a un volumen de 100 mL con agua.

#### 9.10.5.25 Solución madre de cloro de aproximadamente 100 mg/L.

A partir de una solución de hipoclorito comercial (blanqueador casero), la cual contiene aproximadamente de 30,000 a 50,000 mg/mL equivalente a cloro, diluir una cantidad apropiada para tener una concentración aproximada de 100 mg/L.

Valoración de la solución.

Medir 2 mL de ácido acético y de 10 a 25 mL de agua libre de demanda de cloro en un matraz. Añadir aproximadamente 1 g de KI. Medir una cantidad apropiada de la solución patrón de cloro, tomando en cuenta que 1 mL de la solución titulante de tiosulfato de sodio 0,025 N es equivalente aproximadamente a 0,9 mg de cloro. Mezclar. Titular con solución patrón de tiosulfato de sodio 0,025 N hasta la desaparición del color amarillo. Adicionar de 1 a 2 mL de la solución indicadora de almidón y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul (A). De la misma forma titular un blanco de reactivos, adicionando las mismas cantidades de ácido acético, KI e indicador de almidón a 1 mL de agua destilada (B).

Calcular la concentración de cloro de la solución, aplicando la siguiente ecuación:

$$\text{mg Cl}_2 / \text{mL} = \frac{(A-B) \times N \times 35,45}{\text{mL muestra}}$$

donde:

A= mL gastados de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  0,025 N en la titulación de la muestra.

B= mL gastados de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  0,025 N en la titulación del blanco de reactivos.

N= normalidad calculada para el tiosulfato de sodio (0,025N).

#### 9.10.5.26 Solución patrón de cloro de 10 mg/L.

De acuerdo con la concentración calculada para la solución madre de cloro, diluir una cantidad apropiada (aproximadamente 100 mL) a un volumen de 1 L.

### 9.10.6 Procedimiento.

#### 9.10.6.1 Preparación de la curva de calibración.

9.10.6.1.1 Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de acuerdo con la tabla No. 1. Llevar a un volumen de 250 mL con agua libre de demanda de cloro.

**Tabla No. 1**

Matraz	mL de solución patrón de cloro	mg Cl <sub>2</sub> /L
1	0,00	Blanco
2	1,25	0,05
3	2,5	0,1
4	5,0	0,2
5	10,0	0,4
6	20,0	0,8
7	50	2,0
8	75	3,0
9	100	4,0

**9.10.6.1.2** En matraces Erlenmeyer de 250 mL, medir 5 mL de la solución amortiguadora de fosfatos, 5 mL del reactivo de DFD y agregar 100 mL de cada una de las soluciones patrón. Mezclar perfectamente.

**9.10.6.1.3** Llenar la celda del espectrómetro y leer a una longitud de onda de 515 nanómetros. Regresar el contenido de la celda al matraz y titular cada solución patrón valorada de SAF. Calcular la concentración de cloro libre en mg/L para cada solución.

**9.10.6.2** Tratamiento de la muestra.

**9.10.6.2.1** Colocar en un tubo 0,5 mL de la solución amortiguadora y 0,5 ml de la solución de indicador de DFD. Añadir 10 mL de muestra y mezclar.

**9.10.6.2.2** Leer a una longitud de onda de 515 nanómetros.

**9.10.6.2.3** De la misma forma tratar una muestra de agua destilada libre de demanda de cloro (blanco de muestras).

**9.10.6.3** Acondicionamiento del método.

**9.10.6.3.1** Fijar la longitud de onda del equipo a 515 nm de acuerdo con las instrucciones del manual de operación.

**9.10.6.3.2** Ajustar el instrumento a 0 de absorbancia con el blanco de soluciones patrón.

**9.10.6.3.3** Leer la concentración y registrar la absorbancia.

**9.10.6.3.4** Elaborar una curva de calibración graficando la absorbancia para cada solución patrón en función de su concentración (en mg Cl<sub>2</sub> libre/L).

**9.10.6.3.5** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.10.6.3.6** De la misma forma leer las muestras y blanco de muestras. Si la lectura de alguna de las muestras rebasa el intervalo de trabajo, diluir a una concentración adecuada con agua libre de demanda de cloro (factor de dilución).

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

**9.10.7** Cálculos

De la ecuación de la recta obtenida.

$$y = mx + b$$

Donde:

y = Absorbancia obtenida en la muestra ya procesada.

m = Pendiente (coeficiente de absortividad).

x = mg Cl/L de en la muestra.

b = Ordenada al origen.

Despejar  $x$  para obtener directamente los  $\text{mg Cl}_2$  libre/L en la muestra.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del elemento en  $\text{mg/L}$ .

$$\text{mg Cl}_2 \text{ libre/L} = (A-B) \times \text{F.D.}$$

donde:

A =  $\text{mg Cl}_2$  libre/L en la muestra obtenidos de la curva.

B =  $\text{mg Cl}_2$  libre/L en el blanco de muestras obtenidos de la curva.

F.D. = Factor de dilución.

#### 9.10.8 Expresión de resultados.

mg/L cloro residual libre.

#### 9.11 Determinación de formaldehído total por cromatografía de líquidos (CLAR).

##### 9.11.1 Principio del método.

El formaldehído presente en la muestra es derivatizado con 2,4-dinitrofenilhidracina en medio ácido y extraído con cloroformo. Después que el solvente es intercambiado por metanol, el producto es separado y cuantificado usando fase reversa y detección UV a 365 nm.

##### 9.11.2 Equipo.

###### 9.11.2.1 Sistema de cromatógrafo de líquidos:

###### 9.11.2.2 Sistema degasificador por Helio, membrana de vacío o ultrasonido.

###### 9.11.2.3 Sistema de bombas capaz de desarrollar un flujo de 1 mL/min.

###### 9.11.2.4 Inyector tipo jeringa (intervalo de 1-25 $\mu\text{L}$ ) o loop de 25 $\mu\text{L}$ .

###### 9.11.2.5 Detector de arreglo de diodos o UV-Visible capaz de medir a 365 nm.

9.11.2.6 Sistema de datos: graficador, integrador o computadora compatible con la salida de voltaje del detector.

9.11.2.7 Columna C18 u ODS (Octadecilsilanos), dimensiones de 250 x 4.6 mm, tamaño de partícula de 7  $\mu\text{m}$ .

###### 9.11.2.8 Evaporador rotatorio.

##### 9.11.3 Materiales.

Material común de laboratorio.

##### 9.11.4 Reactivos.

###### 9.11.4.1 Cloroformo ( $\text{CH}_3\text{Cl}$ ).

###### 9.11.4.2 Metanol grado CLAR ( $\text{CH}_4\text{O}$ ).

###### 9.11.4.3 Agua grado CLAR ( $\text{H}_2\text{O}$ ).

###### 9.11.4.4 Etanol ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ).

###### 9.11.4.5 Acido clorhídrico (HCl).

###### 9.11.4.6 2,4-Dinitrofenilhidracina (DNPH).

###### 9.11.4.7 Formaldehído en solución al 37% ( $\text{CH}_2\text{O}$ ).

###### 9.11.4.8 Indicador de timolftaleína grado ACS. Intervalo de viraje de pH 9,0 a 9,5 (incoloro-azul).

###### 9.11.4.9 Sulfito de sodio anhidro ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ).

###### 9.11.4.10 Acido clorhídrico 0,100 N, 1N, 2N y 12 N.

Determinar la concentración exacta del HCl 0,100 N usando procedimiento de titulación.

#### 9.11.4.11 Solución de DNPH.

Saturar 1 L de HCl 2N con DNPH (solubilidad aproximada de 300 mg/L).

#### 9.11.4.12 Solución stock de formaldehído aproximadamente de 4 mg/L.

Medir 5 mL de formaldehído al 37% en un matraz volumétrico de 500 mL y llevar al volumen con agua. Calentar la solución a aproximadamente 30°C para disolver completamente la formalina y enfriar a temperatura ambiente.

Valoración de la solución.

Medir 125 mL de solución de sulfito de sodio 1M en un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 3 gotas de indicador de timolftaleína. La solución debe ser de un color azul pálido. Añadir HCl 0,1 N gota a gota hasta que la solución se vuelve incolora (usualmente se requieren de 2-5 gotas). Adicionar exactamente 25 mL de solución stock de formaldehído a la solución acidificada de sulfito de sodio. Titular con HCl 0,1 N hasta la desaparición de la coloración que persista 3 minutos. Efectuar 3 titulaciones y calcular el valor promedio.

Calcular la concentración exacta de formaldehído aplicando la siguiente ecuación:

$$\text{mg CH}_2\text{O/ mL} = \frac{\text{mL gastados de HCl } 0.1\text{N} \times \text{N HCl} \times 30.03}{25 \text{ mL}}$$

#### 9.11.4.13 Solución de sulfito de sodio 1 M.

Disolver 63,02 g de sulfito de sodio en 500 mL de agua.

#### 9.11.4.14 Solución indicadora.

Disolver 40 mg de indicador de timolftaleína en 40 mL de etanol.

#### 9.11.4.15 Solución patrón derivatizada de formaldehído de 50 mg/L.

De acuerdo con la concentración calculada de la solución stock, medir un volumen equivalente a 2,5 mg de formaldehído (aproximadamente 625 µL), y adicionarlos a 100 mL de HCl 2N saturado con DNPH. Extraer dos veces con porciones de 50 mL de cloroformo. Dejar separar las fases. Drenar la fase acuosa y descartar. Lavar la fase clorofórmica dos veces con porciones de 50 mL de HCl 1N y una de 100 mL de agua. Drenar y descartar las fases acuosas. Evaporar el cloroformo en evaporador rotatorio evitando llevar a sequedad. Diluir el residuo a 50 mL con metanol. La solución es estable por 6 meses en refrigeración.

#### 9.11.4.16 Fase móvil: Metanol 70% Agua 30%.

Mezclar 700 mL de metanol grado CLAR con 300 mL de agua grado CLAR. Filtrar a través de poro de 0,45 µm y degasificar.

#### 9.11.5 Procedimiento.

##### 9.11.5.1 Preparación de la curva patrón.

Medir los siguientes volúmenes de solución patrón de formaldehído de acuerdo con la tabla número 1 en matraces volumétricos de 50 mL. Llevar al volumen con metanol. Filtrar a través de poro de 0,45 µm.

**Tabla No. 1**

Matraz	mL de solución patrón de formaldehído	mg CH <sub>2</sub> O/L
1	0,00	Blanco
2	0,25	0,25
3	0,50	0,50
4	1,00	1,00
5	2,50	2,50
6	5,00	5,00

**9.11.5.2** Preparación de las muestras.

**9.11.5.2.1** Medir 60 mL de muestra y agua destilada (blanco de muestras) en un embudo de separación. Adicionar 165 mL de HCl 12 N y 300 mg de DNPH. Agitar por varios minutos.

**9.11.5.2.2** Extraer dos veces con porciones de 50 mL de cloroformo. Dejar separar las fases y descartar la fase acuosa.

**9.11.5.2.3** Lavar la fase clorofórmica, dos veces con porciones de 50 mL de HCl 1N y una vez con 100 mL de agua. Descartar la fase acuosa.

**9.11.5.2.4** Evaporar el cloroformo casi a sequedad. Diluir el residuo a un volumen de 25 mL con metanol. Filtrar a través de poro de 0,45  $\mu$ m.

**9.11.5.3.** Acondicionamiento del equipo.

**9.11.5.3.1** Fijar los siguientes parámetros cromatográficos de acuerdo con el manual de operación:

Flujo: 1mL/min.

Fase móvil: Metanol 70% Agua 30%.

Longitud de onda: UV a 365 nm.

Velocidad del integrador o software en sistemas automatizados.

**9.11.5.3.2** Bombear fase móvil a través del sistema del cromatógrafo hasta la obtención de una línea base estable.

**9.11.5.4** Acondicionamiento del método.

**9.11.5.4.1** Inyectar 25  $\mu$ L de cada solución patrón de menor a mayor concentración.

**9.11.5.4.2** Obtener los cromatogramas correspondientes. El pico que corresponde al formaldehído derivatizado eluye a un tiempo aproximado de 8 minutos bajo las condiciones de este método.

**9.11.5.4.3** Elaborar una curva de calibración, graficando el área obtenida del pico para cada solución patrón en función de su concentración (mg CH<sub>2</sub>O /L).

**9.11.5.4.4** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.11.5.4.5** Inyectar del mismo modo 25  $\mu$ L de muestra y blanco de muestras. Obtener los cromatogramas, identificar el pico correspondiente al formaldehído derivatizado en función de su tiempo de retención. Calcular el área del pico.

**9.11.5.4.6** En caso de ser necesario diluir las muestras con metanol, para llevar al intervalo de trabajo (factor de dilución).

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

**9.11.6** Cálculos.

De la ecuación de la recta obtenida:

$$y = mx + b$$

donde:

y = Área del pico correspondiente al formaldehído derivatizado en la muestra.

m = Pendiente.

x = mg/L de formaldehído en la muestra.

b = Ordenada al origen.

despejar x para obtener los mg/L de formaldehído en la muestra.

$$\text{mg CH}_2\text{O /L} = (\text{A}-\text{B}) \times \text{F.D.}$$

donde:

A = mg CH<sub>2</sub>O /L en la muestra.

B = mg CH<sub>2</sub>O /L en el blanco de muestras.

F.D. = Factor de dilución.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del elemento en mg/L.

#### 9.11.7 Expresión de resultados.

mg/L de formaldehído.

#### 9.12 Determinación de sustancias activas al azul de metileno

##### 9.12.1 Principio del método.

Se basa en la reacción de las sustancias surfactantes aniónicas, incluyendo alquil sulfonatos, alquil sulfatos y alquil polietoxil sulfatos con el azul de metileno, que da lugar a la formación de una sal de coloración azul, soluble en cloroformo, y cuya intensidad de color es medida espectrométricamente a una longitud de onda de 652 nm.

##### 9.12.2 Interferencias.

**9.12.2.1** Interfieren formando complejos con el azul de metileno, los sulfatos orgánicos, sulfonatos, carboxilatos, fosfatos y fenoles.

**9.12.2.2** Interfieren formando pares iónicos con el azul de metileno, los cianatos inorgánicos, cloruros, nitratos y tiocianatos.

**9.12.2.3** Las aminas compiten con el azul de metileno en la reacción produciendo bajos resultados.

##### 9.12.3 Equipo.

**9.12.3.1** Espectrómetro UV-Visible disponible para utilizarse a una longitud de onda de 652 nm y provisto de celdas de 1 cm de paso de luz.

**9.12.3.2** Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg

##### 9.12.4 Materiales

**9.12.4.1** Fibra de vidrio

**9.12.4.2** Material común de laboratorio

**9.12.4.3** Embudo de separación de 500 mL, preferentemente con llave de vidrio

**9.12.4.4** Termómetro

**Nota:** Todo el material de vidrio empleado en esta determinación debe lavarse con mezcla crómica, enjuagarse con solución caliente de HCl (1:1) y enjuagarse dos o tres veces más con agua. Asegurarse que no queden residuos de mezcla crómica. Nunca usar detergentes.

##### 9.12.5 Reactivos

Todos los reactivos deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación y por agua se entiende agua destilada.

**9.12.5.1** Sulfonato de alquil benceno. ABS (C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>3</sub> SnAR)

**9.12.5.2** Fenolftaleína (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>)

**9.12.5.3** Hidróxido de sodio (NaOH)

**9.12.5.4** Alcohol etílico (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O) o isopropílico (C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O)

**9.12.5.5** Acido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

**9.12.5.6** Cloroformo grado espectrométrico (CHCl<sub>3</sub>)

**9.12.5.7** Azul de metileno ###(C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>ClN<sub>3</sub>S · x H<sub>2</sub>O (x### 2-3)###

**9.12.5.8** Fosfato monosódico dihidrogenado monohidratado (NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O)

**9.12.5.9** Solución madre de ABS de 1 mg/mL.

Pesar exactamente 1,0 g de ABS, disolver en agua y llevar a un volumen de un 1 L. Mezclar suavemente para prevenir la formación de espuma. Es necesario prepararla cada semana y refrigerar (se recomienda aforar sólo cuando todo el sulfonato de alquil benceno se haya disuelto y la espuma desaparezca).

**9.12.5.10** Solución patrón de ABS de 10 ###g/mL

Diluir 10 mL de la solución madre de ABS y aforar a 1 L con agua. Esta solución se debe preparar diariamente.

**9.12.5.11** Solución indicadora de fenolftaleína

Disolver 0,5 g de fenolftaleína en 50 mL de alcohol etílico y llevar a un volumen de 100 mL con agua.

**9.12.5.12** Solución de hidróxido de sodio 1 N

Disolver 40 g de NaOH en agua y aforar a un litro.

**9.12.5.13** Solución de ácido sulfúrico 1 N

Diluir cuidadosamente 28 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado en agua. Dejar enfriar y aforar a un litro.

**9.12.5.14** Reactivo azul de metileno de 30 mg/L.

Disolver 0,1 g de azul de metileno, en 100 mL de agua. De esta solución se transfieren 30 mL a un matraz volumétrico de 1 L y agregar 500 mL de agua, 6,8 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y 50 g de NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O. Agitar hasta su completa disolución y aforar a un litro.

**9.12.5.15** Solución de lavado.

En un matraz volumétrico de 1 L que contenga 500 mL de agua, agregar 6,8 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y 50 g de NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O. Agitar hasta su completa disolución y aforar.

**9.12.6** Procedimiento

**9.12.6.1** Preparación de la curva de calibración.

Colocar los siguientes volúmenes de solución patrón de ABS de acuerdo con la tabla número 1 en embudos de separación. Agregar agua hasta un volumen de 100 mL.

**Tabla No. 1**

Embudo	mL solución patrón de ABS	###g de ABS
1	0	Blanco
2	1	10
3	3	30
4	5	50
5	7	70
6	9	90
7	11	110
8	13	130
9	15	150
10	20	200

**9.12.6.2** Preparación de la muestra.

El volumen de la muestra de agua para ser analizada, se mide de acuerdo con la concentración probable de ABS, según se indica en la Tabla No. 2. Asimismo, efectuar una prueba testigo con agua destilada (blanco de muestras).

**Tabla No. 2**

Concentración esperada de ABS en mg/L	Muestra a tomar en mL
0,025-0,080	400
0,080-0,40	250
0,40-2	100
2-10	20
10-100	2

Si el volumen de muestra es menor a 100 mL, se debe diluir con agua a este volumen. Si es mayor de 100 mL extraer la muestra completa. Transferir las muestras y blanco a embudos de separación.

**9.12.6.3 Extracción y desarrollo de color.**

**9.12.6.3.1** Adicionar 3 gotas de solución indicadora de fenoltaleína a las soluciones patrón y muestras y agregar suficiente solución de hidróxido de sodio 1 N para producir un color rosa.

**9.12.6.3.2** Adicionar solución diluida de ácido sulfúrico, en pequeñas cantidades hasta que el color rosa desaparezca.

**9.12.6.3.3** Agregar 10 mL de cloroformo y 25 mL de azul de metileno. Agitar vigorosamente durante 30 segundos y dejar en reposo hasta la separación de las fases. Liberar la presión con sumo cuidado.

**9.12.6.3.4** Pasar la fase orgánica a un segundo embudo y lavar el tubo de descarga del primero con un poco de cloroformo. Repetir la extracción por tres veces, usando 10 mL de cloroformo en cada ocasión. Si el color azul en la fase acuosa desaparece, descartar la muestra y repetir la determinación utilizando un volumen menor de muestra. Con frecuencia se presentan problemas de emulsificación la cual puede romperse con agitación suave con el extremo plano de una varilla de vidrio. La transferencia de la fase orgánica al segundo embudo de separación se efectúa sólo hasta que las dos fases estén completamente separadas.

**9.12.6.3.5** Combinar todos los extractos clorofórmicos en el segundo embudo de separación. Agregar 50 mL de solución de lavado y agitar vigorosamente durante 30 segundos. Dejar reposar y filtrar la capa de cloroformo a través de la fibra de vidrio, a un matraz aforado de 100 mL.

**9.12.6.3.6** Repetir el lavado por dos veces empleando 10 mL de solución de lavado en cada ocasión.

**9.12.6.3.7** Lavar la fibra de vidrio y el embudo con cloroformo, recoger los lavados en el matraz aforado, aforar con cloroformo y mezclar perfectamente.

**9.12.6.4 Acondicionamiento del método.**

**9.12.6.4.1** Fijar la longitud de onda del equipo a 652 nm de acuerdo con las instrucciones del manual de operación.

**9.12.6.4.2** Ajustar el instrumento a 0 absorbancia con el blanco de soluciones patrón.

**9.12.6.4.3** Leer las soluciones patrón de menor a mayor concentración y registrar al menos tres réplicas de la absorbancia de cada uno. La absorbancia debe medirse después de 15 minutos y antes de 30 minutos de haberse desarrollado el color. Una vez transcurrido ese tiempo la solución ya no es estable.

**9.12.6.4.4.** Elaborar una curva de calibración graficando el promedio de absorbancia para cada solución patrón en función de su concentración (en ###g de ABS).

**9.12.6.4.5** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.12.6.4.6** Leer del mismo modo las muestras y blanco de muestras. Si la lectura de alguna de las muestras rebasa el intervalo de trabajo, diluir a una concentración adecuada con cloroformo (factor de dilución).

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

**9.12.7 Cálculos.**

De la ecuación de la recta obtenida:

$$y = mx + b$$

Donde:

y Absorbancia obtenida en la muestra analizada.

m Pendiente (coeficiente de absortividad).

x g de ABS en la muestra obtenidos de la curva de calibración.

b Ordenada al origen.

Despejar x para obtener directamente los g de ABS en la muestra.

Para obtener la concentración de ABS en mg/L aplicar la siguiente ecuación:

$$\text{ABS, en mg/L} = \frac{(A-B) \times \text{F.D.}}{V}$$

En donde:

A = g de ABS en la muestra.

B = g de ABS en el blanco de muestras.

V = volumen de muestra.

F.D. = Factor de dilución.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del elemento en mg/L.

**9.12.8 Expresión de resultados.**

mg/L de sustancias activas al azul de metileno

**9.13 Determinación de trihalometanos.****9.13.1 Principio del método.**

Los trihalometanos (THM) son extraídos de la muestra con pentano, el extracto obtenido es inyectado en un cromatógrafo de gases equipado con un detector de captura de electrones. En lo a-3(e)-3( )-294(s-3(e)-3(te-294

**9.13.4.2** Microjeringas de 1 ###L.

**9.13.4.3** Microjeringas de 10 a 100 ###L.

**9.13.4.4** Microjeringas de 25 ###L.

**9.13.4.5** Jeringas hipodérmicas de vidrio de 10 mL.

**9.13.4.6** Válvula para jeringa tipo Luer de dos pasos.

**9.13.4.7** Columna cromatográfica. Puede emplearse cualquiera de las que a continuación se indican:

Columna 1. Columna de vidrio de 2 m de longitud y 4 mm de diámetro interno, empacada con 3% de SP-1000 en Supelcort (malla 100/120).

Columna 2. Columna de vidrio de 2 m de longitud y 4 mm de diámetro interno, empacada con 10% de escualeno en Chromosorb WAW (malla 100/120).

Columna 3. Columna de vidrio de 2 m de longitud y 2 mm de diámetro interno, empacada con 6% OV-11 y 4% SP-2100 en Supelcort (malla 100/120).

Columna 4. Columna capilar de sílica fundida DB-624 o equivalente, con dimensiones de 30 m de longitud y 0,53 mm de diámetro interno, espesor de película de 3 ###m.

**9.13.5** Reactivos.

**9.13.5.1** Pentano grado análisis orgánico de trazas ( $C_5H_{12}$ ).

**9.13.5.2** Metanol grado análisis orgánico de trazas ( $CH_4O$ ).

**9.13.5.3** Carbón activado.

**9.13.5.4** Bromoformo pureza mayor a 98% ( $CHBr_3$ ).

**9.13.5.5** Bromodiclorometano pureza mayor a 97% ( $CHBrCl_2$ ).

**9.13.5.6** Dibromoclorometano pureza mayor a 98% ( $CHBr_2Cl$ ).

**9.13.5.7** Cloroformo pureza mínimo del 99.8% ( $CHCl_3$ ).

**9.13.5.8** Helio grado cromatográfico.

**9.13.5.9** Argón con 5% de metano grado cromatográfico.

**9.13.5.10** Agua libre de THM.

Preparar pasando agua desionizada a través de un filtro conteniendo carbón activado o hirviendo agua y purgándola con un gas inerte por una 1 hora manteniendo la temperatura a 90###C. Conservar en frascos con tapa de rosca con el interior recubierto de PTFE.

**9.13.5.11** Soluciones madre de THM individuales.

Colocar 9,8 mL de metanol en un matraz volumétrico de 10 mL. Dejar en reposo aproximadamente 10 minutos o hasta que todas las paredes humedecidas con el alcohol estén secas. Pesar con una precisión de 0,1 mg. Utilizando una jeringa de 100 ###L, adicionar inmediatamente de 2-3 gotas del trihalometano y volver a pesar.

Asegurarse que el trihalometano cae directamente en el alcohol sin tener contacto con el cuello del matraz. Diluir al volumen y mezclar. Transferir la solución madre a un recipiente de 15 mL con tapón de rosca y recubierto en su interior con PTFE. Efectuar la misma operación con los cuatro THM en forma individual. Calcular la concentración en ###g/mL a partir de la diferencia de peso registrada. Las soluciones son estables durante 4 semanas almacenadas a 4°C.

Precaución: Los trihalometanos son tóxicos, preparar las soluciones en una campana de extracción y utilizando la mascarilla apropiada.

**9.13.6 Procedimiento.****9.13.6.1 Preparación de las curvas de calibración.**

De acuerdo con la concentración calculada para cada solución madre de trihalometano, preparar tres diluciones de cada uno, de tal forma que cubran el intervalo de concentración de las muestras.

**9.13.6.2 Extracción de los THM.****9.13.6.2.1** Quitar los émbolos de las jeringas hipodérmicas y sujetar a una válvula tipo Luer.

**9.13.6.2.2** Abrir la botella que contiene la muestra. Si ningún agente reductor ha sido adicionado, colocar directamente 1 mg del mismo en el matraz de extracción.

**9.13.6.2.3** Con sumo cuidado verter la muestra al depósito de la jeringa. Colocar el émbolo y comprimir la muestra. Abrir la válvula de la jeringa y ventilar algún residuo de aire mientras se ajusta el volumen de muestra a 10 mL. Cerrar la válvula.

**9.13.6.2.4** Medir 2 mL de pentano en otro matraz de extracción e inyectar con mucho cuidado la muestra contenida en la jeringa. Tapar y agitar vigorosamente durante 1 minuto. Dejar separar las fases. Centrifugar si es necesario.

**9.13.6.2.5** Inyectar la fase orgánica al cromatógrafo.**9.13.6.3 Acondicionamiento del equipo**

**9.13.6.3.1** Fijar los parámetros cromatográficos indicados en la Tabla No. 2 de acuerdo con el manual de operación y al tipo de columna utilizada:

**Tabla No. 2**

Columna	Parámetros		
	Gas acarreador	Flujo del gas acarreador	Temperatura del horno de columna
1	Argón con 5% de metano	60 mL/min	50###C
2	Argón con 5% de metano	25 mL/min	67###C
3	Argón con 5% de metano	25 mL/min	45###C por 12 minutos y 1###C/min a 70###C
4	Helio	75 mL/min	5###C por 2 minutos y 5###C/min a 200###C

**9.13.6.3.2** Asimismo fijar los parámetros correspondientes (temperatura y voltaje) para el detector de captura de electrones.

**9.13.6.4 Acondicionamiento del método.**

**9.13.6.4.1** Inyectar 3 ###L para columna de vidrio y 1 ###L para columna capilar de cada solución patrón de THM de menor a mayor concentración.

**9.13.6.4.2** Obtener los cromatogramas correspondientes.

**9.13.6.4.3** Elaborar una curva de calibración para cada trihalometano, graficando el área obtenida del pico para cada solución patrón en función de su concentración (###g THM/L).

**9.13.6.4.4** Ajustar la curva de calibración obtenida mediante regresión lineal (método de mínimos cuadrados). Calcular la pendiente, el coeficiente de correlación y la ordenada al origen. Obtener la ecuación de la recta.

**9.13.6.4.5** Inyectar del mismo modo 3 o 1 ###L de muestra y blanco de muestras. Obtener los cromatogramas, identificar los picos correspondientes a cada THM en función de su tiempo de retención. Calcular el área del pico.

**9.13.6.4.6** En caso de ser necesario diluir las muestras con pentanol, para llevar al intervalo de trabajo (factor de dilución).

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente en los cuales sólo es necesario leer los patrones y marcar su concentración teórica.

#### **9.13.7 Cálculos**

De la ecuación de la recta obtenida:

$$y = mx + b$$

donde:

y = Área del pico correspondiente a cada THM

m = Pendiente.

x = ###g/L de cada THM en la muestra.

b = Ordenada al origen.

Despejar x para obtener directamente los ###g/L de cada THM en la muestra. Multiplicar por el factor de dilución utilizado. Sumar la concentración de los trihalometanos detectados.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida es directamente la concentración del compuesto en ###g/L.

#### **9.13.8 Expresión de resultados.**

###g/L de trihalometanos totales

### **10. Etiquetado**

**10.1** La información comercial: marca, denominación, declaración de contenido, nombre y domicilio del fabricante o importador y país de origen deben cumplir con lo establecido en los ordenamientos legales aplicables, expedidos por la Secretaría de Economía.

**10.2** La información sanitaria que debe figurar en la etiqueta de los productos preenvasados objeto de esta Norma, así como en los envases que pongan las empresas a disposición del consumidor, debe sujetarse a lo siguiente:

#### **10.2.1 Generales.**

**10.2.1.1** La información contenida en las etiquetas debe presentarse y describirse en forma clara, veraz, ser comprobable y no debe inducir a error al consumidor.

**10.2.1.2** Las etiquetas que ostenten los productos envasados deben fijarse de manera tal que permanezcan disponibles hasta el momento de su uso y consumo en condiciones normales, y deben aplicarse por cada unidad, envase múltiple o colectivo, con caracteres claros, visibles, indelebles y en colores contrastantes, fáciles de leer por el consumidor en circunstancias normales de compra y uso.

**10.2.1.3** Los productos destinados a ser comercializados en el mercado nacional, deben ostentar una etiqueta con la información a que se refiere esta Norma en idioma español, independientemente de que también pueda estar en otros idiomas, cuidando de que los caracteres sean al menos iguales en tamaño, igualmente ostensibles y colores idénticos o similares a aquellos en los que se presente la información en otros idiomas.

**10.2.1.4** Cuando en las etiquetas se declaren u ostenten en forma escrita, gráfica o descriptiva que los productos están recomendados, respaldados o aceptados por centros de investigación, asociaciones, entre otros, los cuales deberán contar con reconocimientos nacional o internacional de su experiencia y estar calificados para dar opinión sobre la información declarada. Se deberá contar con el sustento técnico respectivo, el que estará a la disposición de la Secretaría en el momento que lo solicite. Dichas declaraciones deben sujetarse a lo siguiente:

La leyenda debe describir claramente la característica referida, estar precedida por el símbolo o nombre del organismo y figurar con caracteres claros y fácilmente legibles.

**10.2.2 Específicas.**

En el caso de que el producto haya sido objeto de algún tipo de tratamiento, se puede indicar el nombre de éste.

**10.2.2.1 Lista de ingredientes.**

**10.2.2.1.1** En la etiqueta de los productos debe figurar la lista de ingredientes, la cual puede eximirse cuando se trate de productos de un solo ingrediente.

**10.2.2.1.2** La lista de ingredientes debe ir encabezada o precedida por el término "ingredientes".

**10.2.2.1.3** En la lista de ingredientes debe emplearse el nombre específico de los mismos.

**10.2.2.1.4** En el caso del anhídrido carbónico, éste debe reportarse con el nombre común o los sinónimos establecidos en el Acuerdo y sus modificaciones.

**10.2.2.2 Instrucciones para el uso, conservación o preparación.**

**10.2.2.2.1** En cada unidad deben aparecer las siguientes leyendas precautorias: "No se consuma si el sello o banda de garantía se encuentra roto, violado o deteriorado", u otra equivalente. Se exceptúa de esta disposición a los productos que utilicen tapas inviolables.

**10.2.2.2.2** En el caso del hielo, no debe presentarse información que afirme o sugiera una asociación entre el consumo de este producto y el de bebidas alcohólicas.

**10.2.2.3 Información nutrimental.**

**10.2.2.3.1** La declaración nutrimental en la etiqueta es voluntaria, sólo es obligatoria cuando se realice la declaración de alguna propiedad nutrimental, habiéndolo hecho voluntariamente o en cumplimiento de otros ordenamientos legales.

**10.2.2.3.2** Cuando se incluya la declaración nutrimental, es obligatorio declarar lo siguiente:

- a) Contenido energético;
- b) Las cantidades de proteínas, carbohidratos (hidratos de carbono) disponibles y las grasas (lípidos);
- c) La cantidad de sodio;

**10.2.2.3.3** No se podrán declarar los nutrimentos que de manera natural provea el producto, a excepción de los mencionados en los incisos a, b y c.

**10.2.2.3.4** En las bebidas que ostenten la leyenda "bajas en sales" se debe establecer en la etiqueta qué minerales son los que se encuentran en bajas concentraciones y cuáles son los valores de referencia.

**10.2.2.4 Presentación de la información nutrimental.**

**10.2.2.4.1** La declaración nutrimental debe hacerse en las unidades métricas que correspondan y en orden descendente conforme al aporte de nutrimentos del producto. La declaración debe hacerse por 100 gramos o por envase, si éste contiene sólo una porción.

**10.2.2.4.2** La declaración sobre el contenido energético, debe expresarse en kJ, de manera adicional, podrá declararse en kcal.

**10.2.2.4.3** La declaración sobre la cantidad de proteínas, carbohidratos (hidratos de carbono) y grasas (lípidos), debe expresarse en g.

**10.2.2.4.4** La declaración sobre sodio debe expresarse en mg.

**10.2.2.4.5** Cuando la declaración numérica sobre vitaminas, minerales y electrolitos se haga en porcentaje de la ingestión diaria recomendada (IDR), debe emplearse únicamente la tabla de recomendaciones ponderadas establecida en el Apéndice normativo B de la NOM-086-SSA1-1994, señalada en el apartado de referencias.

**10.2.2.4.6** Los valores de composición bromatológica que figuren en la declaración de nutrimentos del producto, deben ser valores medios ponderados derivados de análisis, bases de datos o tablas reconocidas internacionalmente.

**10.2.2.5** Información complementaria.

**10.2.2.5.1** A la denominación.

Los productos objeto de esta Norma, deben ostentar junto a la denominación, con el mismo tipo y tamaño de letra la siguiente información:

**10.2.2.5.1.1** La modificación nutrimental que lo caracterice, de conformidad con lo establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-086-SSA1-1994. Bienes y servicios. Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificaciones en su composición. Especificaciones nutrimentales.

**10.2.2.5.2** En el caso de que el producto haya sido objeto de algún tipo de tratamiento, se puede indicar el nombre de éste.

**10.2.2.6** Lote.

**10.2.2.6.1** En el caso de los productos envasados, cada unidad debe llevar grabada o marcada de cualquier modo la identificación del lote al que pertenece, la cual debe permitir la rastreabilidad del producto, estar relacionada con la fecha de elaboración y colocarse en cualquier parte del envase. dicho dato no debe ser alterado u ocultarse en forma alguna.

**10.2.2.6.2** Cuando se identifique con el formato de fecha, debe anteponerse la palabra "Lote".

**10.2.2.7** Declaración de propiedades sin significado.

No se permite lo siguiente:

**10.2.2.7.1** Declaraciones de propiedades sobre la utilidad de un producto para prevenir, tratar o curar una enfermedad, trastorno o estado fisiológico.

**10.2.2.7.2** Declaraciones de propiedades que pueden suscitar dudas sobre la inocuidad de los productos similares o causar, infundir, propiciar o explotar el miedo al consumidor y utilizarlo con fines comerciales.

**10.2.2.7.3** Declaraciones que indiquen que el producto ha adquirido un valor nutrimental especial o superior gracias a la adición de nutrimentos.

**10.2.2.8** Especificaciones para productos a granel.

**10.2.2.8.1** En caso de que la compañía ponga envases a disposición del consumidor, las etiquetas deben cumplir con lo señalado en los puntos anteriores, excepto con la identificación de lote.

**10.2.2.9** Envases múltiples o colectivos.

**10.2.2.9.1** Cuando los productos objeto de este ordenamiento se encuentren en un envase múltiple o colectivo para su venta al consumidor, éste debe contar con la información que se refiere la presente Norma Oficial Mexicana, en tanto que los envases individuales deben ostentar en sus etiquetas la misma información o sólo la indicación de lote y la leyenda "No etiquetado para su venta individual".

**10.2.2.9.2** Cuando el envase esté cubierto por una envoltura, debe figurar en ésta toda la información necesaria, excepto en los casos en que la etiqueta aplicada al envase pueda leerse fácilmente a través de la envoltura exterior.

## **11. Envase y embalaje**

**11.1** En el caso de producto envasado o cuando la empresa ponga los envases para la venta a granel a disposición del consumidor éstos deben:

**11.1.1** Ser fabricados de material sanitario, inocuo, resistente y que no reaccionen con el producto o alteren sus características físicas o químicas. Sólo podrán ser utilizados para envasar los productos objeto de esta Norma.

## **12. Concordancia con normas internacionales y mexicanas**

Esta Norma no es equivalente a ninguna norma internacional y es equivalente parcialmente con la NMX-F600-NORMEX-1996, Agua mineral natural.

### 13. Bibliografía

- 13.1** Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1992. Ley Federal sobre Metrología y Normalización. México, D.F.
- 13.2** Secretaría de Salud. 1991. Ley General de Salud. México, D.F.
- 13.3** Secretaría de Salud. 1988. Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios. México, D.F.
- 13.4** Secretaría de Salud. Norma Oficial Mexicana NOM-013-SSA1-1993, Requisitos sanitarios que debe cumplir la cisterna de un vehículo para el transporte y distribución de agua para uso y consumo humano. **Diario Oficial de la Federación**. 12 de agosto de 1994. México, D.F. pp. 11-13.
- 13.5** Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1981. NORMA-Z-013/02, Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Oficiales Mexicanas. México, D.F.
- 13.6** Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. NORMA-008-SCFI-1993. Sistema General de Unidades de Medida. México, D.F.
- 13.7** American Public Health Association 1992. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, United States of America, Washington, D.C., 18 th Edition.
- 13.8** Arana, R. 1972: Osmosis inversa y su aplicación en alimentos y potabilización del agua. Tecnología de alimentos. Enero-febrero: 6-11.
- 13.9** Boudene, Cl. 1990: Toxicidad de los metales, en Deraché, R.: Toxicología y seguridad de los alimentos. Omega, Barcelona, España. p. 143-148.
- 13.10** Codex Alimentarius. 1995: Proyecto de código de prácticas para el agua embotellada. 28a. reunión del Comité del Codex sobre higiene de alimentos CX/FH 95/11, Washington, D.C. pp. 1-5.
- 13.11** Codex Alimentarius. 1998: General standard for contaminants and toxins in foods. Annex IVB, Waningen, The Netherlands.
- 13.12** Comité Técnico de Normalización. 1996: Norma Mexicana F-600-1996. NORMEX. Agua mineral natural. NORMEX, Tlalnepantla, México pp. 9.
- 13.13** Deraché, R.1990: Toxicología y seguridad de los alimentos. Omega, Barcelona, España. pp. 361-369.
- 13.14** Edberg, S.C.: 1996 Assessing health risks in drinking water from naturally occurring microbes. J. Environ. Health 58(6): 18-24.
- 13.15** González, R.J.; E. Zárate. 1994: Análisis de riesgos, identificación y control de puntos críticos en la elaboración de agua purificada y hielo. Tesis licenciatura. Facultad de Química. UNAM, México, D.F.
- 13.16** Informe preliminar de la Comisión para la potabilización del agua de consumo humano en comunidades rurales mediante yodación. Guanajuato, Gto., junio de 1997.
- 13.17** Jay, J.M. 1992: Microbiología moderna de los alimentos. De. Acribia Zaragoza, España. pp. 23-30, 485-534.
- 13.18** International Bottled Water Association. 1998: Model bottled water regulation. Alexandria, Va., USA. p. 24.
- 13.19** Ordóñez, A.G. 1995: Subproductos de la desinfección química de interés para la salud. en Comisión Nacional del Agua: Seminario sobre desinfección del agua, México, D.F. junio 12-16.
- 13.20** Osmonics, Inc. 1991: Pure water handbook. Osmonics, Minnesota, USA p. 119.
- 13.21** Portals Water Treatment. 1990: Reverse osmosis. Portals water treatment. Inc. Middlesex, England.
- 13.22** Unión Europea, 1980: Directiva del Consejo. Relativa a la aproximación de los Estados miembros sobre explotación y comercialización de aguas minerales naturales. Diario Oficial de las Comunidades Europeas No. 229/1, marzo 30.
- 13.23** United States Department of Health and Human Services. 1982: Diseases transmitted by foods. C.D.C., Atlanta, Ga., USA p. 95.

**13.24** United States Department of Health and Human Services: Beverages: bottled water. 21CFR part 165 (Docket 98N-0294). Food and Drug Administration, Washington, D.C. pp. 1-13.

**13.25** United States Environmental Protection Agency. 1991: Silver. U.S. Department of Commerce. National Technical Information Service, Springfield, Va, USA p. 24.

**13.26** World Health Organization. 1996: Guidelines for drinking water quality. Vol. 2, Geneva, Switzerland pp. 119-388.

**13.27** Zarco G.E. 1993: Manual de aplicación del análisis de riesgos, identificación y control de puntos críticos. Secretaría de Salud, México, D.F. p. 49.

#### **14. Observancia de la Norma**

La vigilancia en el cumplimiento de la presente Norma corresponde a la Secretaría de Salud.

#### **15. Vigencia**

**15.1** La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor en todos los apartados a los 60 días posteriores a la fecha de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**, excepto el apartado de etiquetado que entrará en vigor a los 120 días.

**15.2** La presente Norma Oficial Mexicana suple a las siguientes normas oficiales mexicanas:

NOM-041-SSA1-1993. Bienes y Servicios. Agua purificada envasada. Especificaciones sanitarias.

NOM-042-SSA1-1993. Bienes y Servicios. Hielo potable y hielo purificado. Especificaciones sanitarias.

NOM-160-SSA1-1995. Bienes y Servicios. Buenas prácticas para la producción y venta de agua purificada.

México, D.F., a 1 de agosto de 2002.- El Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, **Ernesto Enríquez Rubio**.- Rúbrica.