



SECRETARÍA DE ECONOMÍA

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-005-SCFI-2021

Análisis de Agua–Medición de Grasas y Aceites recuperables en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método de prueba (cancelarla NMX-AA-005-SCFI-2013).

Water Analysis – Measurement of Extractables Fat and Oils in Natural Water, Wastewater and Treated Wastewater – Test Method

GOBIERNO DE
MÉXICO





Prefacio

El Comité Técnico de Normalización Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales (COTEMARNAT) es el responsable de la elaboración del presente Proyecto de Norma Mexicana, PROY-NMX-AA-005-SCFI-2021, Análisis de Agua – Medición de Grasas y Aceites recuperables en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método de prueba (cancelará NMX-AA-005-SCFI-2013).

El presente Proyecto de Norma Mexicana que nos ocupa se regirá conforme a la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, con base en el Transitorio Cuarto de la Ley de Infraestructura de la Calidad, Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2020-07-01.

Con objeto de crear la presente Norma Mexicana, se constituyó un Grupo de Trabajo con la participación voluntaria de los siguientes actores:

- AB Sciex, S.A. de C.V.
- Análisis de agua, S.A. de C.V.
- Agua, Asesoría, Gestión y Análisis Ambientales, S.A. de C.V.
- AnalyzeLabs, S.C.
- AQS Servicios Industriales, S.C.
- Araceli Sánchez Martínez
- Arva, laboratorio de análisis industriales, S.A. de C.V.
- Centro de Estudios en Medio Ambiente, S.C.
- Centro Nacional de Metrología
- Cesar Clemente Alvarado García
- CIATEC, A.C.
- Comisión Estatal del Agua de Jalisco
- Comisión Nacional del Agua



- Control Químico Novamann Internacional, S.A. de C.V.
- Corporativo Ambiental División Agua, S.A. de C.V.
- Eccaciv, S.A. de C.V.
- Equipos para Diagnóstico Analítico, S.A. de C.V.
- Hach Company
- Ideca, S.A. de C.V.
- IdexxLaboratories, S. de R.L.
- Index-Lab
- Ingeniería de Control Ambiental y Saneamiento, S.A. de C.V.
- Instituto Mexicano de Tecnología del Agua
- Instituto Mexicano del Petróleo
- Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático
- Lab Plus QA, S.C.
- Laboratorio Ambiental Sigma, S. de R.L. de C.V.
- Laboratorio de Química del Medio e Industrial, S.A. de C.V.
- Laboratorio de Servicios Clínicos y Análisis Toxicológicos, S.A. De C.V.
- Laboratorio del Grupo Microanálisis, S. A. de C.V.
- Laboratorio Hidrobiológico de Grupo Polé, S.A.P.I de C.V.
- Laboratorio y Asesoría en Control de la Contaminación, S.A. de C.V
- Laboratorios ABC Química, Investigación y Análisis, S.A. de C.V
- LAQUIN MR, S.A. de C.V.
- MÁS Instrumentos, S.A. De C.V.
- Ma. Guadalupe Flores Montiel



- Mercury Lab, S.A. de C.V.
- Métodos Rápidos, S.A. de C.V.
- Mónica Orozco Márquez
- Perkin Elmer de México, S.A.
- Phenomenex, Inc
- Precisión Analítica Integral, S.A. de C.V.
- Protección Ambiental y Ecología, S.A. de C.V.
- Proyectos y Estudios Sobre Contaminación Industrial, S.A. de C.V.
- Servicios de Agua y Drenaje de Monterrey, I.P.D.
- Laboratorio Central de Calidad de Aguas
- Sistema de Agua Potable y Alcantarillado de León
- Sistema de Aguas de la Ciudad de México del Gobierno de la Ciudad de México
- Sistemas de Ingeniería Ambiental, S.A. de C.V.
- SPIN, S.A. de C.V.
- Universidad Autónoma Metropolitana
Unidad Azcapotzalco
División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Depto. de Ciencias Básicas
Área de Química
- Universidad del Noreste, A.C.
UNELAB - Centro multidisciplinario de servicios ambientales y de alimentos
- Universidad Nacional Autónoma de México
Facultad de Química
Instituto de Ingeniería



Índice de Contenido

Introducción	6
1. Objetivo y campo de aplicación	6
2. Principio del método.....	6
3. Referencias normativas	7
4. Términos y definiciones.....	7
5. Equipos y materiales	8
6. Reactivos.....	9
7. Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	10
8. Control de calidad	10
9. Procedimiento.....	11
10. Cálculos.....	12
11. Interferencias	13
12. Seguridad	13
13. Manejo de residuos	13
14. Expresión de los resultados.....	14
15. Concordancia con normas internacionales.....	14
16. Bibliografía.....	14
17. Vigencia	15



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-005-SCFI-2021

Análisis de Agua – Medición de Grasas y Aceites recuperables en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método de prueba (cancelará NMX-AA-005-SCFI-2013).

Water Analysis – Measurement of Extractables Fat and Oils in Natural Water, Wastewater and Treated Wastewater – Test Method

Introducción

Este método permite una estimación del contenido de grasas y aceites en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, al determinar gravimétricamente las sustancias que son extraídas con hexano de una muestra acuosa acidificada. La medición de grasas y aceites es indicativa del grado de contaminación del agua por usos industriales y humanos. En la medición de grasas y aceites no se mide una sustancia específica, sino un grupo de sustancias con unas mismas características fisicoquímicas (solubilidad). Entonces la medición de grasas y aceites incluye ácidos grasos, jabones, grasas, ceras, hidrocarburos, aceites y cualquier otra sustancia susceptible de ser extraída con hexano.

1. Objetivo y campo de aplicación

Este Proyecto de Norma Mexicana establece un método de análisis para la medición de Grasas y Aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas y es de aplicación Nacional.

2. Principio del método

Este método se basa en la adsorción de grasas y aceites en tierras de diatomeas, los cuales son recuperables en un equipo de extracción por recirculación



empleando hexano, como disolvente. Una vez terminada la extracción se evapora el hexano y se pesa el residuo que ha quedado en el recipiente, siendo este valor, el contenido de grasas y aceites.

3. Referencias normativas

Para la correcta aplicación del presente Proyecto de Norma Mexicana, se deben consultar las siguientes Normas Mexicanas vigentes:

- 3.1 NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1 (Cancela a la NMX-AA-089/1-1986). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2011-03-03.
- 3.2 NMX-AA-089/2-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 2. (Cancela a la NMX-AA-089/2-1992). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2013-08-29.
- 3.3 NMX-AA-115-SCFI-2015 Análisis de agua – Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos (Cancela a la NMX-AA-115-SCFI-2001). Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2015-10-16.

4. Términos y definiciones

Para los propósitos de este Proyecto de Norma Mexicana, aplican los términos y definiciones contenidos en las Normas Mexicanas NMX-AA-089/1-SCFI-2010 y NMX-AA-089/2-SCFI-2010, o las que las sustituyan y se establecen las siguientes:



4.1

grasas y aceites:

compuestos orgánicos constituidos principalmente por ácidos grasos de origen animal y vegetal, así como de hidrocarburos del petróleo que son extraídos de la muestra utilizando hexano como disolvente.

4.2

masa constante:

es la masa que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado hasta obtener una diferencia $\leq 0,0005$ g en dos ciclos consecutivos.

5. Equipos y materiales

5.1 Materiales

5.1.1 Frasco de vidrio de boca ancha de aproximadamente de 1 L, con tapa de plástico o metálica con contratapa de teflón.

5.1.2 Tiras indicadoras de pH con escala de 0 a 14.

5.1.3 Cartuchos de extracción de celulosa.

5.1.4 Papel filtro con tamaño de poro de 8 μm con un diámetro adecuado al equipo de filtración.

5.1.5 Trozos de papel filtro.

5.1.6 Embudos Büchner y matraz Kitazato.

5.1.7 Probeta graduada de un 1 L con divisiones de al menos 10 mL.

5.1.8 Probeta graduada de 100 mL.

5.1.9 Pinzas.

5.1.10 Desecador.

5.2 Equipo



- 5.2.1** Equipo de extracción por recirculación.
- 5.2.2** Bomba de vacío u otra fuente de vacío.
- 5.2.3** Horno de secado capaz de mantener $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$; u otro dispositivo.
- 5.2.4** Balanza analítica con una resolución de 0,000 1 g calibrada y verificada de acuerdo a lo establecido por el laboratorio.
- 5.2.5** Parrilla o manta de calentamiento.
- 5.2.6** Se permite el uso de equipos comerciales para la extracción que cumplan con el principio del método.

6. Reactivos

- 6.1** Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se indique otro grado.
- 6.2** Cuando se indique agua debe cumplir las siguientes características:
 - a) Conductividad $\leq 5\ \mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 °C ;
 - b) pH: 5,0 a 8,0.
- 6.3** Ácido clorhídrico concentrado (HCl);
- 6.4** Ácido clorhídrico (1:1): mezclar volúmenes iguales de ácido clorhídrico concentrado y agua;
- 6.5** Hexano (C_6H_{14});
- 6.6** Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4);
- 6.7** Ácido sulfúrico (1:1): mezclar volúmenes iguales de ácido sulfúrico concentrado y agua;
- 6.8** Tierra de diatomeas-sílice;
- 6.9** Suspensión de tierra de diatomeas-sílice: Pesar aproximadamente 10 g de tierra diatomeas-sílice en 1 L de agua;
- 6.10** Aceite mineral comercial;



- 6.11** Aceite vegetal mixto comercial;
- 6.12** Sílica gel o agente desecante con indicador de humedad;
- 6.13** Muestra de control

Preparar una mezcla de grasas y aceites pesando cantidades aproximadamente iguales de aceite mineral y vegetal mixto comercialmente disponibles, acorde a la concentración requerida de grasas y aceites, y agregar la mezcla pesada a 1 L de agua, preservar (ver 7.4).

7. Recolección, preservación y almacenamiento de muestras

- 7.1** De la superficie del cuerpo de agua recolectar un volumen de aproximadamente 1 L de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha, con tapa de plástico o metálica con contratapa de teflón. No llenar el frasco completamente para evitar pérdida de grasas y aceites.
- 7.2** Realizar la recolecta de una muestra simple que se ocupará en su totalidad, no se pueden tomar alícuotas para realizar otro tipo de análisis.
- 7.3** La muestra se recolectará del punto de muestreo con menor turbulencia y en contra flujo, para asegurar una mayor representatividad, en caso de existir aceites emulsionados la muestra se tomará de 20 a 30 cm de profundidad.
- 7.4** La muestra debe preservarse con ácido clorhídrico (HCl 1:1) o ácido sulfúrico (H₂SO₄ 1:1) hasta alcanzar un pH ≤ 2, conservar a 4 °C ± 2 °C.

NOTA: para aquellas muestras con un pH mayor a 8 se agregará ácido clorhídrico (HCl) o ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado para evitar la dilución de la muestra, mientras que para las muestras con un pH inferior a 8 generalmente es suficiente adicionar 5 mL de ácido clorhídrico (HCl (1:1)) o ácido sulfúrico (H₂SO₄ (1:1)).

- 7.5** El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 30 días.

8. Control de calidad

Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal, que cumpla con lo establecido en la norma NMX-AA-115-SCFI-2015 (Ver 3.3).



9. Procedimiento

- 9.1** Medir el pH de las muestras el cual debe ser ≤ 2 , si no tiene este valor acidifique con el ácido clorhídrico (1:1) o el ácido sulfúrico (1:1).
- 9.2** Para muestras con un pH menor de 8, generalmente es suficiente con adicionar 5 mL de ácido clorhídrico (1:1) ó de ácido sulfúrico (1:1); para aquellas muestras con pH superior a 8 agregar ácido concentrado para evitar la dilución de la muestra.
- 9.3** Preparar los matraces de extracción introduciéndolos al horno a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, enfriar en desecador y pesarlos, repetir el procedimiento hasta obtener una diferencia $\leq 0,0005\text{ g}$ en dos ciclos consecutivos; para los cálculos utilizar el último valor de la masa.

NOTA: Se pueden utilizar desecadores con vacío para remover la humedad con mayor eficacia en el caso que exista.

- 9.4** Preparar el material filtrante colocando un papel filtro en el embudo Büchner, colocar el embudo en un matraz Kitazato y agregar 100 mL de la suspensión de tierra de diatomeas-sílice sobre el filtro, aplicar vacío y lavar con al menos 100 mL de agua volver aplicar vacío hasta que no caiga más agua.
- 9.5** Transferir el total de la muestra acidificada al embudo Büchner preparado, aplicando vacío hasta que cese el paso de agua. Para determinar el volumen inicial de la muestra vierta el filtrado en una probeta de 1 L.

NOTA 1: Es necesario retirar el agua de lavado del matraz Kitazato antes de filtrar la muestra.

NOTA 2: Se pueden utilizar otros equipos de filtración y en caso de utilizarlos la filtración se realizará de acuerdo a las especificaciones del fabricante.

- 9.6** Con ayuda de unas pinzas, transferir el material filtrante a un cartucho de extracción. Limpiar las paredes internas del embudo y el frasco contenedor de la muestra, así como la contratapa del frasco con trozos de papel filtro, previamente impregnado con hexano, tener cuidado en remover la película de grasa y los sólidos impregnados sobre las paredes; colocar los trozos de papel en el mismo cartucho.



- 9.7** Secar el cartucho en el horno a $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, por un período de 30 min mínimo; transcurrido este período colocar en el equipo de extracción.
- 9.8** Adicionar el volumen adecuado de hexano al recipiente de extracción previamente puesto a masa constante y preparar el equipo de extracción. Evitar tocar con las manos el cartucho y el recipiente de extracción, para ello utilizar pinzas o guantes de látex.
- 9.9** Colocar el equipo de extracción sobre la parrilla de calentamiento, controlar la temperatura del reflujo y extraer a una velocidad de 20 ciclos/hora durante un período de 4 h, el cual se contabiliza a partir del primer reflujo del disolvente en el equipo de extracción.
- 9.10** Una vez terminada la extracción recuperar la mayor cantidad del disolvente y evaporar el remanente a una temperatura no mayor de 70 °C .

NOTA: En caso de utilizar equipos automatizados utilizar las condiciones especificadas por el fabricante.

- 9.11** El recipiente de extracción libre de disolvente se coloca en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.
- 9.12** Pesar el recipiente de extracción y por diferencia de masa medir las grasas y aceites recuperables.

10. Cálculos

Calcular las grasas y aceites recuperables (GyA) en la muestra usando la siguiente ecuación:

$$GyA = \frac{(m_f - m_i)(1\ 000\ 000)}{V_m} - B$$

En donde:

GyA las grasas y aceites recuperables, en mg/L;

m_f es la masa final del recipiente de extracción con el residuo, en g;

m_i es el valor de la masa inicial constante del recipiente vacío, en g;



V_m es el volumen de la muestra acidificada recuperada después de la filtración en mL;

1 000 000 factor de conversión de g/mL a mg/L, y

B es el valor del blanco de reactivos en mg/L.

NOTA: Es necesario medir al menos un blanco de reactivos para eliminar la posible contribución del hexano en el análisis y otras posibles interferencias.

11. Interferencias

11.1 Los hexanos tienen la facilidad de disolver no solamente las grasas y aceites minerales y vegetales, sino también otras sustancias como azufre elemental, tintes y otros compuestos orgánicos.

11.2 Existen pérdidas importantes de hidrocarburos de cadena corta y aromáticos simples con puntos de ebullición menores a 150 °C.

11.3 Puede obtenerse interferencia positiva durante el secado del matraz debido a la adsorción de humedad si no se utiliza un desecador.

12. Seguridad

Este método puede no mencionar todas las medidas de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias en este método.

Cuando se trabaje este método, debe usarse el equipo de seguridad apropiado, tal como: bata, guantes de látex o de nitrilo, guantes de protección térmica, lentes de seguridad y careta de protección.

13. Manejo de residuos

Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad el destino final de los residuos generados durante la medición.

El hexano se puede reciclar en el laboratorio o con un prestador de este tipo de servicios autorizado.



14. Expresión de los resultados

Reportar los resultados del análisis, en mg/L. En caso de requerir reportar la media ponderada de grasas y aceites el laboratorio deberá calcular ésta, en función del caudal de las “n” muestras simples tomadas.

15. Concordancia con normas internacionales

El presente Proyecto de Norma Mexicana no es equivalente (NEQ) con ninguna Norma Internacional por no existir Norma Internacional sobre el tema tratado.

16. Bibliografía

- 16.1 Ley de Infraestructura de la Calidad, Artículo Cuarto Transitorio, Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 01-07-2020.
- 16.2 Ley Federal sobre Metrología y Normalización, Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1992-07-01 y sus reformas. Abrogada.
- 16.3 Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, Publicado en el Diario Oficial de la Federación el 1999-01-14, Última reforma publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2012-11-28.
- 16.4 Ley Federal de Derechos, Ley publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1981-12-31 y sus reformas. Última reforma publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2018-12-28.
- 16.5 NOM-001-SEMARNAT-1996, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1997-01-06.
- 16.6 NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2002-11-27.
- 16.7 NMX-Z-013-SCFI-2015, Guía para la estructuración y redacción de normas. (Cancela a la NMX-Z-013/1-1977) Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2015-11-18.



16.8 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23 rd Edition 2017, 5520 D Soxhlet Extraction Method.

17. Vigencia

El presente Proyecto de Norma Mexicana, una vez que concluya su período de consulta pública, entrará en vigor 120 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.