

# **Manual de Prácticas para análisis fisicoquímicos de aguas residuales**

**SANTOS-CERVERA, Mariana Trinidad**  
**RUIZ-HERNÁNDEZ, Judith**  
**CHAN-KEB, Carlos Armando**  
**CHUC-SANCHEZ, Aldo**

## **ECORFAN-México**

### **Autores**

SANTOS-CERVERA, Mariana Trinidad. PhD  
RUIZ- HERNÁNDEZ, Judith. PhD  
CHAN-KEB, Carlos Armando. PhD  
CHUC-SANCHEZ, Aldo. PhD

### **Editor en Jefe**

VARGAS-DELGADO, Oscar. PhD

### **Directora Ejecutiva**

RAMOS-ESCAMILLA, María. PhD

### **Director Editorial**

PERALTA-CASTRO, Enrique. MsC

### **Diseñador Web**

ESCAMILLA-BOUCHAN, Imelda. PhD

### **Diagramador Web**

LUNA-SOTO, Vladimir. PhD

### **Asistente Editorial**

SORIANO-VELASCO, Jesús. BsC

### **Filóloga**

RAMOS-ARANCIBIA, Alejandra. BsC

## *Manual de Prácticas para análisis físicoquímicos de aguas residuales*

Ninguna parte de este escrito amparado por la Ley de Derechos de Autor, podrá ser reproducida, transmitida o utilizada en cualquier forma o medio, ya sea gráfico, electrónico o mecánico, incluyendo, pero sin limitarse a lo siguiente: Citas en artículos y comentarios bibliográficos, de compilación de datos periodísticos radiofónicos o electrónicos. Visite nuestro sitio WEB en: [www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)

### **Primera Edición**

ISBN: 978-607-8948-08-6

Sello Editorial ECORFAN: 607-8948

Número de Control B: 2023-07

Clasificación B (2023): 301023-0007

A los efectos de los artículos 13, 162, 163 fracción I, 164 fracción I, 168, 169, 209, y otra fracción aplicable III de la Ley del Derecho de Autor.

## **Books**

### **Definición de Books**

### **Objetivos Científicos**

Apoyar a la Comunidad Científica Internacional en su producción escrita de Ciencia, Tecnología en Innovación en las Áreas de investigación CONAHCYT y PRODEP.

ECORFAN-Mexico S.C es una Empresa Científica y Tecnológica en aporte a la formación del Recurso Humano enfocado a la continuidad en el análisis crítico de Investigación Internacional y está adscrita al RENIECYT de CONAHCYT con número 1702902, su compromiso es difundir las investigaciones y aportaciones de la Comunidad Científica Internacional, de instituciones académicas, organismos y entidades de los sectores público y privado y contribuir a la vinculación de los investigadores que realizan actividades científicas, desarrollos tecnológicos y de formación de recursos humanos especializados con los gobiernos, empresas y organizaciones sociales.

Alentar la interlocución de la Comunidad Científica Internacional con otros centros de estudio de México y del exterior y promover una amplia incorporación de académicos, especialistas e investigadores a la publicación Seriada en Nichos de Ciencia de Universidades Autónomas - Universidades Públicas Estatales - IES Federales - Universidades Politécnicas - Universidades Tecnológicas - Institutos Tecnológicos Federales - Escuelas Normales - Institutos Tecnológicos Descentralizados - Universidades Interculturales - Consejos de CyT - Centros de Investigación CONAHCYT.

### **Alcances, Cobertura y Audiencia**

Books es un Producto editado por ECORFAN-Mexico S.C en su Holding con repositorio en México, es una publicación científica arbitrada e indizada. Admite una amplia gama de contenidos que son evaluados por pares académicos por el método de Doble-Ciego, en torno a temas relacionados con la teoría y práctica de las Área de investigación CONAHCYT y PRODEP respectivamente con enfoques y perspectivas diversos, que contribuyan a la difusión del desarrollo de la Ciencia la Tecnología e Innovación que permitan las argumentaciones relacionadas con la toma de decisiones e incidir en la formulación de las políticas internacionales en el Campo de las Ciencias. El horizonte editorial de ECORFAN-Mexico® se extiende más allá de la academia e integra otros segmentos de investigación y análisis ajenos a ese ámbito, siempre y cuando cumplan con los requisitos de rigor argumentativo y científico, además de abordar temas de interés general y actual de la Sociedad Científica Internacional.

## **Consejo Editorial**

ESCAMILLA - GARCÍA, Erandi. PhD  
Université de Bourgogne

ARMADO - MATUTE, Arnaldo José. PhD  
Universidad de los Andes

RIVERA - BECERRIL, Facundo. PhD  
Institut National de la Recherche Agronomique

CHEW - HERNÁNDEZ, Mario Luis. PhD  
University of Nottingham

SOTERO - SOLIS, Victor Erasmo. PhD  
Universidade de São Paulo

CORNEJO - BRAVO, José Manuel. PhD  
University of California

OROPEZA - GUZMÁN, Mercedes Teresita. PhD  
National Polytechnique de Toulouse

PINA - LUIS, Georgina Esther. PhD  
Universidad de la Habana

CARVAJAL - MILLAN, Elizabeth. PhD  
École Nationale Supérieure Agronomique de Montpellier

MELÉNDEZ - LÓPEZ, Samuel Guillermo. PhD  
University of California

## **Comité Arbitral**

HERRERA - PÉREZ, Gabriel. PhD  
Universidad Autónoma del Estado de Morelos

RIOS - DONATO, Nely. PhD  
Universidad de Guanajuato

ALVARADO - FLORES, Jesús. PhD  
Universidad Autónoma de Aguascalientes

DE LEON - FLORES, AneD. PhD  
Universidad Nacional Autónoma de México

MARTÍNEZ - HERRERA, Erick Obed. PhD  
Universidad Autónoma Metropolitana

DUARTE - ESCALANTE, Esperanza. PhD  
Universidad Nacional Autónoma de México

SALAZAR - HERNÁNDEZ, Ma. Mercedes. PhD  
Universidad de Guanajuato

GARCÍA - ORTEGA, Héctor. PhD  
Universidad Nacional Autónoma de México

RANGEL - VILLALOBOS, Héctor. PhD  
Universidad de Guadalajara

QUIROZ - CASTILLO, Jesús Manuel. PhD  
Universidad de Sonora

## **Cesión de Derechos**

El envío de una Obra Científica a ECORFAN Books emana el compromiso del autor de no someterlo de manera simultánea a la consideración de otras publicaciones científicas para ello deberá complementar el Formato de Originalidad para su Obra Científica.

Los autores firman el Formato de Autorización para que su Obra Científica se difunda por los medios que ECORFAN-México, S.C. en su Holding México considere pertinentes para divulgación y difusión de su Obra Científica cediendo sus Derechos de Obra Científica.

## **Declaración de Autoría**

Indicar el Nombre de 1 Autor y 3 Coautores como máximo en la participación de la Obra Científica y señalar en extenso la Afiliación Institucional indicando la Dependencia.

Identificar el Nombre de 1 Autor y 3 Coautores como máximo con el Número de CVU Becario-PNPC o SNI-CONACYT- Indicando el Nivel de Investigador y su Perfil de Google Scholar para verificar su nivel de Citación e índice H.

Identificar el Nombre de 1 Autor y 3 Coautores como máximo en los Perfiles de Ciencia y Tecnología ampliamente aceptados por la Comunidad Científica Internacional ORCID - Researcher ID Thomson - arXiv Author ID - PubMed Author ID - Open ID respectivamente

Indicar el contacto para correspondencia al Autor (Correo y Teléfono) e indicar al Investigador que contribuye como primer Autor de la Obra Científica.

## **Detección de Plagio**

Todas las Obras Científicas serán testeadas por el software de plagio PLAGSCAN si se detecta un nivel de plagio Positivo no se mandará a arbitraje y se rescindirá de la recepción de la Obra Científica notificando a los Autores responsables, reivindicando que el plagio académico está tipificado como delito en el Código Penal.

## **Proceso de Arbitraje**

Todas las Obras Científicas se evaluarán por pares académicos por el método de Doble Ciego, el arbitraje Aprobatorio es un requisito para que el Consejo Editorial tome una decisión final que será inapelable en todos los casos. MARVID® es una Marca de derivada de ECORFAN® especializada en proveer a los expertos evaluadores todos ellos con grado de Doctorado y distinción de Investigadores Internacionales en los respectivos Consejos de Ciencia y Tecnología el homologo de CONAHCYT para los capítulos de America-Europa-Asia-Africa y Oceanía. La identificación de la autoría deberá aparecer únicamente en una primera página eliminable, con el objeto de asegurar que el proceso de Arbitraje sea anónimo y cubra las siguientes etapas: Identificación del ECORFAN Books con su tasa de ocupamiento autoral - Identificación del Autores y Coautores- Detección de Plagio PLAGSCAN - Revisión de Formatos de Autorización y Originalidad-Asignación al Consejo Editorial- Asignación del par de Árbitros Expertos-Notificación de Dictamen-Declaratoria de Observaciones al Autor-Cotejo de la Obra Científica Modificado para Edición-Publicación.

# Manual de Prácticas para análisis fisicoquímicos de aguas residuales

## Practical Manual of Wastewater Chemistry

SANTOS-CERVERA, Mariana Trinidad†, RUIZ-HERNÁNDEZ, Judith, CHAN-KEB, Carlos Armando\* y CHUC-SANCHEZ, Aldo

*Universidad Autónoma de Campeche, Facultad de Ciencias Químico-Biológicas*

ID 1<sup>er</sup> Autor: *Mariana Trinidad, Santos-Cervera* / **ORC ID:** 0000-0001-5763-693X **CVU CONAHCYT ID:** 1082018

ID 1<sup>er</sup> Coautor: *Judith, Ruiz-Hernández* / **ORC ID:** 0000-0002-7360-4783 **CVU CONAHCYT ID:** 243102

ID 2<sup>do</sup> Coautor: *Carlos Armando, Chan-Keb* / **ORC ID:** 0000-0003-3494-9508, **CVU CONAHCYT ID:** 494719

ID 3<sup>er</sup> Coautor: *Aldo, Chuc-Sánchez* / **ORC ID:** 0009-0001-1935-5130 **CVU CONAHCYT ID:** 1149541

**DOI:** 10.35429/B.2023.7.1.97

\* carachan@uacam.mx

† Investigador contribuyendo como primer autor.

# **Manual de Prácticas para análisis fisicoquímicos de aguas residuales**

El Book ofrecerá contribuciones seleccionadas de investigadores que contribuyan a la actividad de difusión científica de la Universidad Autónoma de Campeche para su área de investigación en la función de la Universidad ante los retos de la Sociedad del Conocimiento. Además de tener una evaluación total, en las manos de los directores del Universidad Autónoma de Campeche, se colabora con calidad y puntualidad en sus capítulos, cada contribución individual fue arbitrada a estándares internacionales (RESEARCH GATE, MENDELEY, GOOGLE SCHOLAR y REDIB), el Book propone así a la comunidad académica, los informes recientes sobre los nuevos progresos en las áreas más interesantes y prometedoras de investigación en la función de la Universidad ante los retos de la Sociedad del Conocimiento.



# Contenido

Resumen	1
Abstract	2
Introducción	3
Objetivos Generales	4
<b>Capítulo I. Métodos de prueba gravimétricos</b>	<b>5</b>
Práctica 1 Determinación de materia flotante en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	5
Práctica 2 Determinación de sólidos y sales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	9
Práctica 3 Determinación de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	16
Práctica 4 Medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	19
<b>Capítulo II. Métodos de prueba físicos</b>	<b>24</b>
Práctica 5 Determinación de conductividad electrolítica en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	24
Práctica 6 Determinación de pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	31
Práctica 7 Determinación de temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	36
<b>Capítulo III. Métodos de prueba espectrofotométricos</b>	<b>42</b>
Práctica 8 Determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	42
<b>Capítulo IV. Métodos de prueba por valoración o titulación</b>	<b>50</b>
Práctica 9 Determinación de nitrógeno total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	50
Práctica 10 Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	59
Práctica 11 Determinación de demanda bioquímica de oxígeno (DBO <sub>5</sub> ) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas	66
Referencias	79

## **Resumen**

La calidad del agua es un tema de vital importancia cuando se trata de utilizar o desechar recursos hídricos, ya que tiene un impacto significativo en el medio ambiente. En este contexto, las aguas residuales se consideran prioritarias a nivel nacional, ya que su tratamiento efectivo es esencial para garantizar el acceso de todos los habitantes a fuentes seguras de agua y a prevenir problemas de salud pública.

El correcto tratamiento de las aguas residuales resulta crucial antes de su liberación en el ambiente. Esto asegura no sólo a que se cumplan los estándares de calidad, sino que también se evite el daño ambiental. Las normativas mexicanas describen con precisión los límites permitidos para los contaminantes en aguas residuales, lo que proporciona una base sólida para la recolección, conducción y tratamiento de estas aguas antes de su disposición a cuerpos receptores.

Por ello, este manual de prácticas se presenta como una herramienta fundamental para garantizar la calidad del agua residual; ofrece procedimientos detallados de control y aseguramiento de la calidad, respaldados por normas mexicanas que establecen los límites específicos que las aguas residuales deben cumplir durante su proceso de saneamiento. Estos estándares son esenciales para proteger tanto el medio ambiente como la salud de la población. Por lo que, el propósito principal de este manual es servir como una guía integral para la correcta implementación de metodologías que aseguren resultados analíticos precisos en el monitoreo de la calidad del agua residual; al seguir esas directrices se promueve la gestión adecuada de los recursos hídricos y se contribuye a la preservación del entorno natural, así como al bienestar de la comunidad. La calidad del agua es un factor crítico en la vida cotidiana y en la sostenibilidad ambiental, y este manual desempeña un papel fundamental en garantizar que se tengan resultados óptimos.

**Calidad, agua, Aguas residuales, Normas Oficiales Mexicanas**

## **Abstract**

The quality of water is a matter of vital importance when it comes to using or disposing of water resources, as it has a significant impact on the environment. In this context, Wastewater is considered a national priority because its effective treatment is essential to ensure Access to safe sources of water for all inhabitants and to prevent public health problems.

The proper treatment of Wastewater is crucial before its release into the environment. This not only ensures compliance with quality standards but also prevents environment damage. Mexican regulation accurately describe the permissible limits for contaminants in Wastewater, providing a solid foundation for the collection, conveyance and treatment of these waters before their disposal into receiving bodies. Therefore, this manual of practices is presented as a fundamental tool to guarantee the quality of Wastewater. It offers detailed procedures for quality control and assurance, supported by Mexican standards that specify the limits that wastewater must meet during sanitation process. These standards are essential to protect both the environment and public health.

Hence, the primary purpose of this practical manual is to serve as a comprehensive guide for the proper management of methodologies that ensure precise analytical results in monitoring the quality of Wastewater. By following these guidelines, it promotes a Best management of water resources and contributes to the preservation of the natural environment and the well-being of the community. Water quality is a critical factor in daily life and environmental sustainability and this manual plays a pivotal role in ensuring optimal results.

**Quality, Water, Wastewater, Official Mexican Standards**

## Introducción

La calidad del agua en el territorio mexicano es uno de los temas que poco se tiene en consideración al momento de querer hacer uso del recurso hídrico o, de querer desecharla al medio ambiente derivado del impacto que genera la influencia antropogénica por la presencia creciente de las industrias y la urbanización. En la década de 1970 en México, se implementó el ICA que corresponde al Índice de Calidad del Agua, el cual está compuesto por 18 parámetros para poder monitorear los niveles de contaminación en diferentes áreas.

De acuerdo a las cifras mundiales describen que la falta de saneamiento es alarmante; se tiene registro que al menos 1 800 millones de personas al rededor del mundo utilizan una fuente de agua potable que está contaminada fecalmente. En relación a los servicios de saneamiento, 2 400 millones de personas carecen de acceso a servicios básicos, tales como baños o letrinas, lo que provoca que más del 75% de las aguas residuales de actividades humanas se descarguen completamente en ríos o vayan directamente al mar sin ningún tratamiento previo. Debido a ello, cada día, aproximadamente cerca de 1 200 niños mueren por enfermedades relacionadas a problemas gastrointestinales (UN SDGs, 2016).

Por lo anterior, las aguas residuales llegaron a pasar como una de las prioridades a nivel nacional, ya que una vez generadas, se les debe dar un tratamiento efectivo en su totalidad al momento de su dispersión en el ambiente, garantizando que todos los habitantes tengan acceso a una forma segura de disponer de sus aguas, evitando problemas de salud pública que garanticen la gestión integral de los recursos hídricos (Sánchez et al, 2016).

Por eso es importante que las mediciones analíticas para la cuantificación de contaminantes en aguas residuales sea primordial, para demostrar que la funcionalidad del método efectuado es adecuado y que el laboratorio de ensayo cumple con ciertos criterios como el utilizar métodos y equipos calibrados y verificados para asegurar la confiabilidad de los resultados; el analista que realiza dichas mediciones sea competente, esté capacitado y calificado para desempeñar las funciones asignadas; evaluando también de manera periódica el desempeño técnico del laboratorio; manteniendo cierta consistencia en las mediciones que se efectúan en cualquier otro laboratorio y; que se cuente con procedimientos bien definidos de control y aseguramiento de la calidad (NMX-AA-115-SCFI-2015).

Las Normas Mexicanas describen de manera específica los límites permisibles que deben cumplir al momento del saneamiento de las aguas residuales, y las cuales adquieren mayor relevancia al momento de asegurar su recolección, conducción, tratamiento y adecuada deposición en los cuerpos receptores, teniendo también en cuenta las condiciones que no perjudiquen al medio ambiente y sobre todo la salud de la población (Anda, 2017). De igual manera cuentan con diversas metodologías para determinar los parámetros de calidad que deben cuantificarse dependiendo del tipo de prueba que se requiera.

En cada uno de los capítulos contenidos en el presente manual se compilan las metodología reglamentarias extraídas de las normas antes mencionadas; en los que destacan los cuatro métodos analíticos fundamentales que se deben aplicar, siendo estos: los *Gravimétricos*, basado en la medición precisa y exacta de la masa de la sustancia que se determina (analito), la cual ha sido previamente separada del resto de los componentes de la muestra (matriz) como una fase más o menos pura, que puede ser el componente mismo o un compuesto de composición conocida (López, 2009; Chambí, 2019) donde se determina la cantidad de materia flotante, sólidos, sales, sólidos sedimentables, grasas y aceites; los *Físicos*, que de manera rápida y efectiva con un potenciómetro se puede determinar la conductividad electrolítica, pH y temperatura; los *Espectrofotométricos*, basado en los espectros de absorción registrados en función del tiempo, con el propósito de determinar la longitud de onda donde la sensibilidad se debe al cambio de concentración para la realización de las curvas de calibración a los diferentes valores de pH (García et al, 2016), como ocurre en la determinación de Fósforo total y; los métodos por *Valoración o Titulación* siendo el ácido-base como uno de los más empleados los cuales permiten determinar Nitrógeno total, Oxígeno disuelto y Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO5). Se espera que esta información sirva de guía y apoyo para la correcta aplicación de las metodologías en búsqueda de un buen resultado analítico.

## **Objetivos Generales**

- Comprender los principios analíticos, la normativa y los conceptos químicos fundamentales en los que se basa el procesamiento para el análisis de muestras de aguas residuales con la finalidad de relacionarlos con la composición del agua, sus propiedades e indicadores para su correcto tratamiento.
- Conocer la importancia del análisis de aguas residuales establecidos por la normativa mexicana vigente para la obtención de análisis confiables y de calidad para su destino analítico.
- Aplicar las técnicas en función del comportamiento de aguas residuales con el fin de evaluar la calidad y características de esta para el máximo aprovechamiento de los recursos hídricos.
- Servir como marco de referencia para el procesamiento de muestras de aguas residuales que se puedan analizar en laboratorios utilizando equipos y técnicas de bajo costo y fácil accesibilidad con base a la normatividad vigente.

## Capítulo I. Métodos de prueba gravimétricos

### Práctica 1 Determinación de materia flotante en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

#### 1. Introducción

Las sustancias flotantes se refieren a aquellos materiales que se sostienen en la superficie del agua y que influyen en su apariencia. Es un criterio de evaluación de las aguas en el posible efecto de disposición de sustancias o materiales flotantes en su superficie. Existen varios tipos de sustancias flotantes en las aguas como son los restos de materias vegetales sólidas; las grasas que forman grumos o bolas de grasas en forma emulsionada con el agua; las capas finísimas, pero apreciables a simple vista por el ojo humano, de líquidos o capas de aceites. Estos materiales flotantes pueden contener bacterias patógenas o virus asociados con partículas individuales y pueden concentrar sustancias tóxicas como metales e hidrocarburos clorados. En aguas tratadas es poco probable obtener este tipo de sustancias, no así en las aguas residuales tanto domésticas como industriales. El método aquí descrito, al ser cualitativo, se basa en la observación visual.

Este método se basa en la observación de la materia flotante en una muestra de aguas residuales en el sitio de muestreo mediante la separación de ésta en una malla de aproximadamente 3 mm de abertura; este método es una prueba cualitativa.

#### 2. Objetivo

Establecer el método de prueba para la determinación de materia flotante en aguas residuales y residuales tratadas

##### 2.1. Descripción de la actividad

Determinar la presencia de materia flotante en una muestra de aguas residuales y residuales tratadas.

#### 3. Referencia normativa

NMX-AA-006-SCFI-2010 Análisis de agua - Determinación de materia flotante en aguas residuales y residuales tratadas-Método de Prueba

#### 4. Términos y definiciones

**Aguas residuales:** Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

**Bitácora:** Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se llevó a cabo.

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

**Materia Flotante:** Todo aquel material que quede retenido en una malla entre 2,8 mm y 3,3 mm. de abertura.

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

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

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

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Malla de acero inoxidable con abertura entre 2,8 mm y 3,3 mm
- 2. Recipiente de boca ancha no menor de 7 cm de diámetro, con un volumen que se encuentre entre 3 L y 5 L
- 3. Agitador de vidrio con gendarme
- 4. Espátula.

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1. Reactivos

No aplica

## 6. Fase Pre-analítica

- A) Recolección, Preservación y Almacenamiento
1. Debe tomarse un mínimo de 3 L de muestra. La muestra debe ser simple y tomada directamente de la descarga
  2. No se debe preservar la muestra
  3. El tiempo máximo previo al análisis no aplica
- B) Preparación de las disoluciones de trabajo  
No aplica
- C) Valoración de las disoluciones de trabajo  
No aplica
- D) Preparación de disolución control  
No aplica
- E) Calibración de equipos  
No aplica

## 7. Fase analítica

- A) Acondicionamiento de la muestra  
No aplica
- B) Pretratamiento de la muestra

Este parámetro debe ser analizado visualmente en el sitio de muestreo. Si la muestra es recolectada para realizar otros análisis, se hará siguiendo las especificaciones para los mismos y una vez en el laboratorio, se examinará visualmente.

- C) Determinación de materia flotante
1. Verter aproximadamente 3/4 partes de la muestra a través de la malla, teniendo cuidado de que la materia flotante que sobrenada quede retenida en dicha malla.
  2. Arrastrar con agitador de vidrio o una espátula hacia la malla toda aquella materia flotante que quedara sobre la superficie de la muestra que se está vertiendo o aquella adherida a las paredes del recipiente.

## 8. Fase Post- analítica

- A) Resguardo de la muestra  
Sin preservar y sin tiempo máximo de análisis.
- B) Desecho de residuos químicos  
Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.
- C) Lavado de material  
Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

No aplica. Los resultados, netamente cualitativos, se expresan como presencia o ausencia de sustancias flotantes. Reportar como ausencia de materia flotante, si al examinar la malla no se observa a simple vista ninguna partícula retenida.

Reportar como presencia de materia flotante, si al revisar visualmente la malla se encuentran partículas retenidas.

### 9.1. Repetibilidad

Inmediatamente después de filtrar la muestra, se procede al examen de la malla, el informe depende de la presencia o ausencia de materia flotante retenida en la malla, en determinados casos con el fin de lograr una mejor caracterización de la muestra, añadirse una breve descripción del tipo de sustancias flotantes.

### 9.2. Interferencias

No aplica

## 10. Referencias

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

NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980. Aguas residuales.- Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores.- Muestreo.

NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1.

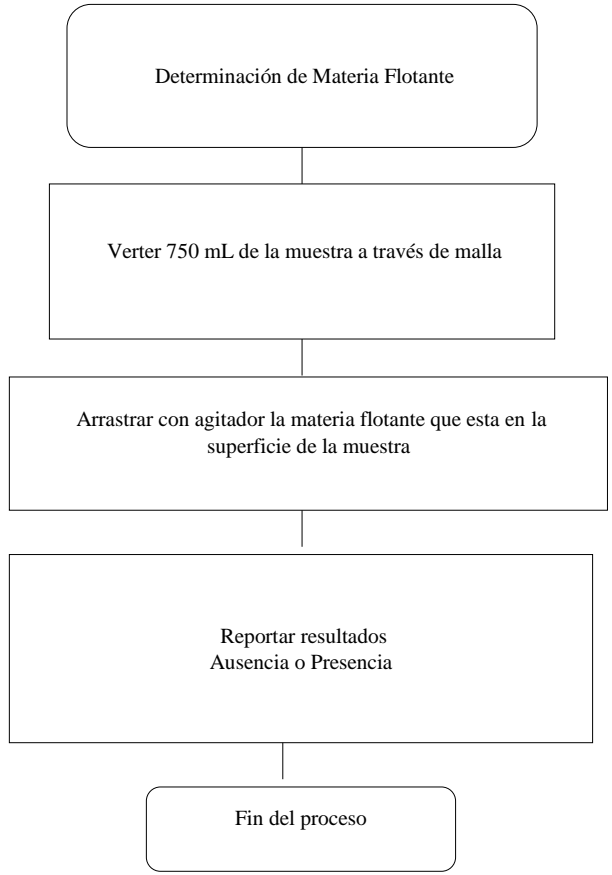
NMX-AA-115-SCFI-2001. Análisis de agua. Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos

NMX-AA-116-SCFI-2001. Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos



11. Apéndice

Figura 1.1 Diagrama del método de prueba para la determinación de materia flotante



*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

## Práctica 2 Determinación de sólidos y sales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 1. Introducción

Los análisis de sólidos son importantes en el control de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertimiento. Sólidos son los materiales suspendidos o disueltos en aguas limpias y residuales. Los sólidos pueden afectar negativamente a la calidad del agua para muchas aplicaciones industriales o incluso resultan estéticamente insatisfactorias para bañarse. Las aguas con abundantes sólidos disueltos suelen ser de menor potabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor ocasional.

La determinación de los sólidos en una muestra comprende los términos: sólidos totales, sólidos suspendidos, y sólidos disueltos

Los Sólidos totales son la expresión aplicada a los residuos de material que quedan en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado a temperatura definida. El valor de los sólidos totales incluye materias disueltas (sólidos disueltos totales: porción que pasa a través del filtro) y no disuelto (sólidos suspendidos totales: porción de sólidos totales retenidos por un filtro).

El principio de este método se basa en la medición cuantitativa de los sólidos y sólidos disueltos, así como la cantidad de materia orgánica contenidos en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, mediante la evaporación y calcinación de la muestra filtrada o no previamente agitada, en su caso, a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de estos.

La determinación de los sólidos suspendidos es de importancia en el análisis de aguas contaminadas, es considerado como parámetro para evaluar la contaminación de las aguas residuales domésticas y determinar la eficiencia de las plantas de tratamiento. La medición de los sólidos suspendidos se considera una variable tan significativa como la DBO.

### 2. Objetivo

Establecer el método para la medición de sólidos y sales disueltas que aplica para aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

#### 2.1 Descripción de la actividad

Determinar la cantidad de sólidos y sales disueltas mediante la evaporación y calcinación de la muestra filtrada o no, en su caso, a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de estos.

### 3. Referencia normativa

NMX-AA-034-SCFI-2015. Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 4. Términos y definiciones

**Masa constante:** Es la masa que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado, y que en dos ciclos completos consecutivos presenta una diferencia  $\leq 0,0005$  g.

**Sólidos Suspendidos Totales (SST):** Es el material constituido por los sólidos sedimentables, los sólidos suspendidos y coloidales que son retenidos por un filtro de fibra de vidrio con poro de  $1,5 \mu\text{m}$  secado y llevado a masa constante a una temperatura de  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**Sólidos Totales (ST):** Es el residuo que permanece en una cápsula después de evaporar y secar una muestra a una temperatura de  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**Sólidos Disueltos totales:** Es el material soluble constituido por materia orgánica que permanece como residuo después de evaporar y secar una muestra previamente filtrada a través de un filtro de fibra de vidrio con un poro de 1.5  $\mu$ m a una temperatura de  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Horno de secado capaz de mantener una temperatura de  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$
- Balanza analítica calibrada, con una precisión de 0.0001g)
- Equipo de filtración al vacío y mangueras
- Placa de calentamiento con regulador de temperatura
- Cápsulas de evaporación de porcelana del tamaño acorde al volumen de la muestra
- Desecador, provisto con un desecante o con control de humedad
- Crisol Gooch del tamaño acorde al volumen de la muestra y filtros de celulosa
- Matraz kitazato y tapón
- Guantes de asbesto
- Pinzas para cápsula y/o crisol
- Probeta de 200mL.

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1 Reactivos

- Agua destilada
- Cloruro de sodio (NaCl)
- Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ )
- Cuando se indique agua debe entenderse agua que cumple con las siguientes características:  
Conductividad máx: 5,0  $\mu\text{S/cm}$  a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , y b) pH: 5,0 a 8,0.

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

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

1. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días y almacenarlas a una temperatura de  $4 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .
2. Recolectar un mínimo de 600 mL en envase de plástico, vidrio y taparse inmediatamente. Evitar llenar el recipiente hasta el borde
3. Dejar que la muestra alcance una temperatura entre  $20\text{-}30^\circ\text{C}$  antes de iniciar el análisis.

### B) Preparación de las disoluciones de trabajo No aplica

### C) Valoración de las disoluciones de trabajo No aplica.

### D) Preparación de disolución control

1. Realizar la disolución control agregando la cantidad necesaria de cloruro de sodio, previamente secado a  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  por 2 horas con carbonato de calcio, celulosa microcristalina, tierra de diatomeas y almidón, de acuerdo a la concentración deseada de sólidos en las muestras de control, agregar agua y llevar al aforo de 1 000 mL.

Nota: Esta disolución tiene una vida útil de máximo doce meses. Se pueden utilizar materiales de referencia comerciales.

#### E) Calibración de equipos

##### Ciclo horno- desecador

1. Introducir las cápsulas al horno a una temperatura de  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 20 min como mínimo. Únicamente en el caso de la medición de sólidos volátiles, las cápsulas posteriormente se introducen a la mufla a una temperatura de  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , durante 20 min como mínimo. Después de este tiempo transferirlas al horno.
2. Trasladar la cápsula al desecador y dejar enfriar por 20 min como mínimo.

Nota: El manejo de la cápsula durante el análisis, debe realizarse en todo momento con las pinzas.

##### Preparación de capsula de porcelana a peso Constante

1. Mojar el filtro con agua para asegurar que se adhiera perfectamente, solo en caso de utilizar crisol Gooch.
2. Luego de haber sido lavados y enjuagados con agua potable y luego con agua destilada; preparar los crisoles a peso constante por lo menos 20 minutos en la estufa y 30 minutos en el desecador.
3. El manejo de la cápsula durante el análisis, debe realizarse en todo momento con los guantes y las pinzas.
4. Pesar las cápsulas y repetir el ciclo horno-desecador hasta obtener una diferencia  $\leq 0,0005\text{ g}$  en dos pesadas consecutivas. Registrar como m1 considerando para los cálculos el último valor de la masa.

##### Preparación de crisoles de Gooch

1. Mojar el filtro con agua para asegurar que se adhiera perfectamente, en caso de utilizar crisol Gooch.
2. Pesar los crisoles Gooch con el filtro y repetir el ciclo horno-desecador hasta obtener una diferencia  $\leq 0,0005\text{ g}$  en dos pesadas consecutivas. Registrar como m2, considerando para los cálculos el último valor de la masa

## 7. Fase analítica

- A) Acondicionamiento de la muestra  
No aplica
- B) Pretratamiento de la muestra

##### Muestras que contienen aceite u otros líquidos orgánicos.

Se puede retener en el filtro aceite u otros líquidos orgánicos inmiscibles, y solamente volatilizados parcialmente en el secado a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Donde, sin embargo, el aceite inmisible es importante y será determinado separadamente; el filtrado, residuo lavado con agua deberá estar libre de aceite. Esto se puede hacer lavándose primero con etanol y luego con hexano antes de su secado a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Cuando este procedimiento se aplica, debe ser registrado con los resultados de la prueba, ya que algunos materiales, excepto aceite inmisible, pueden haberse extraído.

C) Determinación de sólidos totales, sólidos suspendidos totales y sólidos disueltos totales.

Procedimiento para sólidos totales (ST)

1. Transferir 30 mL de la muestra a la cápsula previamente puesta a masa constante y evaporar a sequedad en el horno de secado a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
2. En placa de calentamiento llevar a casi sequedad sin llegar a ebullición de la muestra y posteriormente pasar al horno de secado a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  para su secado total por 1 hora.
3. Trasladar la cápsula al desecador y dejar enfriar por 20 min como mínimo. Llevar la cápsula a masa constante repitiendo el ciclo horno-desecador, hasta obtener una diferencia  $\leq 0,0005\text{ g}$  en dos pesadas consecutivas.
4. Registrar como m3, la última masa obtenida.

Procedimiento para sólidos suspendidos totales (SST)

1. Agitar la muestra vigorosa del envase, transferir de forma inmediata 25 mL de muestra a una probeta.
2. Filtrar con equipo de bomba de vacío, matraz kitazato y tapón
3. Enjuagar la probeta con el volumen suficiente para arrastrar los sólidos y verter en el filtro
4. Introducir el crisol Gooch con el filtro al horno a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 1 h como mínimo (Si al cabo de 1 h aún se observa humedad o líquido en la cápsula, continuar secando en el horno), luego depositar el crisol al desecador mínimo 20 minutos, posteriormente llevar a masa constante y registrar como m6 la masa obtenida.

Procedimiento para sólidos disueltos totales (SDT)

1. Para la medición de los sólidos disueltos totales; si no se poseen tales datos realizar de la siguiente manera:
2. En la cápsula llevada previamente a masa constante m1, filtrar una alícuota de la muestra a través de un filtro de fibra de vidrio en el crisol o dispositivo de filtrado. Verter la alícuota en una cápsula preparada y evaporar a sequedad en el horno de secado a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  o evaporar casi a sequedad sin llegar a ebullición de la muestra, en una parrilla de calentamiento.
3. Introducir al horno a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  la cápsula con la muestra, durante al menos 1 h. Pasar la cápsula al desecador para llevar a masa constante. Registrar como m5.

Determinación de SDT en muestra fortificada

Tomar 100 ml de muestra control y aforar a 1000 ml con la muestra problema y se analizará como indica la determinación de sólidos totales, sólidos suspendidos totales y sólidos disueltos totales.

**8. Fase Post- analítica**

A) Resguardo de la muestra

Guardar la muestra en refrigeración durante 15 días contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

Los cálculos se presentan a continuación para los siguientes casos:

Cálculos del contenido de sólidos totales en la muestra (Ecuación 1):

$$ST = \frac{(m_3 - m_1)}{V} 1000 \text{ 000} \quad (1)$$

Donde:

ST: Son los sólidos totales, en mg/L;

$m_3$ : es la masa de la cápsula con el residuo, después de la evaporación, en g;

$m_1$ : es la masa de la cápsula vacía a masa constante, en g, y

V: es el volumen de muestra, en mL

Cálculos del contenido de sólidos suspendidos totales en la muestra (Ecuación 2):

$$SST = \frac{(m_6 - m_2)}{V} 1000 \text{ 000} \quad (2)$$

Donde:

SST: Sólidos Suspendidos Totales, en mg/L

$m_2$ : es la masa del soporte de secado con el filtro antes de la filtración, en g;

$m_6$ : es la masa del soporte de secado con el filtro, en g; y

V: es el volumen de la muestra, en mL.

Cálculos del contenido de sólidos disueltos totales en la muestra (Ecuación 3):

$$SDT = (ST) - (SST) \quad (3)$$

Donde:

SDT: Son los sólidos disueltos totales, en mg/L;

ST: son los sólidos totales, en mg/L, y

SST: son los sólidos suspendidos totales, en mg/L

Expresar los resultados en mg/L.

### 9.1. Repetibilidad

La NOM- 001- SEMARNAT-1996, La NOM- 002- SEMARNAT-1996 y la NOM- 003- SEMARNAT-1997 estipulan la interpretación de resultados con los límites máximos permisibles para contaminantes.

### 9.2. Interferencias

La heterogeneidad de la muestra que contiene una o más de dos fases puede provocar errores durante el muestreo en campo y en la toma de alícuotas de la misma para la medición de sólidos. Si parte de los sólidos de la muestra se adhieren a las paredes de los contenedores, ya sea en el material de muestreo o en los instrumentos de trabajo, consignar en las observaciones del informe de resultados.

La temperatura a la cual el residuo se seca tiene un efecto muy importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en la masa de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o el desprendimiento de gases por descomposición química y/o por la oxidación del residuo, así como por la oclusión de agua. Los resultados para las muestras con alto contenido de grasas y aceites son cuestionables debido a la dificultad de secado a masa constante en un tiempo razonable.

La precisión de los datos para la medición del contenido de materiales en suspensión determinados, según esta norma mexicana, depende principalmente de la naturaleza de la muestra y no del procedimiento del análisis. Las muestras que contienen organismos vivos o materiales viscosos, (por ejemplo, hidratos de carbono polimerizados) que obstruyen los filtros, son especialmente sensibles al transporte y a las condiciones del ensayo.

## 10. Referencias

NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente-Calidad del agua- Vocabulario-Parte 1

NMX-AA-089/2-SCFI-2010 Protección al ambiente-Calidad del agua Vocabulario-parte 2

NMX-AA-115-SCFI-2015 Análisis de agua – Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos

NMX-AA-034-SCFI-2015. Análisis de Agua. Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público

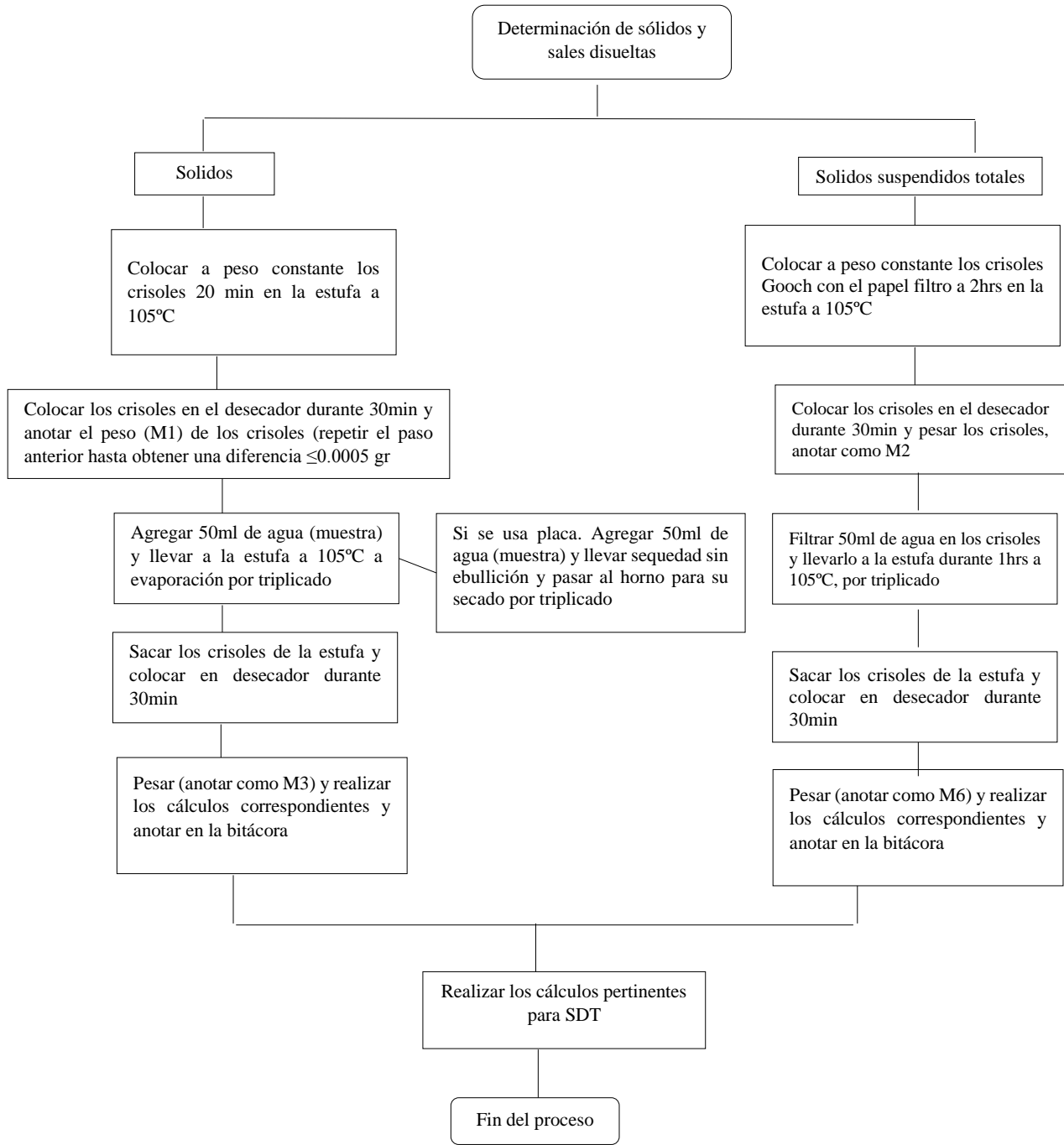
NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980. Aguas residuales. - Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores. - Muestreo.

11. Apéndice

Figura 2.1 Diagrama para el método de prueba de Determinación de sólidos y sales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas



Fuente de Consulta: Elaboración Propia



## **Práctica 3 Determinación de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas**

### **1. Introducción**

La sedimentación es un proceso que se utiliza para clarificar el agua. Los sólidos sedimentables es la cantidad que sedimenta de una muestra en un periodo de tiempo. Las aguas naturales, residuales o residuales tratadas con altos contenidos de sólidos sedimentables no pueden ser utilizadas en forma directa por las industrias o las plantas potabilizadoras, de ello se deriva el interés por medir en forma cuantitativa este parámetro.

### **2. Objetivo**

Establecer el método de prueba para la determinación de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

#### **2.1 Descripción de la actividad**

Determinar los contenidos de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### **3. Referencia normativa**

NMX-AA-004-SCFI-2013. Medición de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### **4. Términos y definiciones**

*Materia sedimentable:* La materia sedimentable se define como la cantidad de sólidos que en un tiempo determinado se depositan en el fondo de un recipiente en condiciones estáticas.

### **5. Materiales, equipos e instrumentos**

- Frasco de polietileno o vidrio con una capacidad mínima de 1,5 L, con tapa de boca ancha
- Cono de sedimentación tipo Imhoff de vidrio o plástico
- Bases para conos Imhoff
- Agitador largo
- Reloj o cronómetro

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

#### **5.1 Reactivos**

No aplica

### **6. Fase Pre-analítica**

#### **A) Recolección, Preservación y Almacenamiento**

1. Colectar un volumen de muestra homogéneo y representativo superior a 1 L en un frasco de polietileno o vidrio con tapa de boca ancha, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente.
2. Transportar la muestra y mantenerla entre 2 °C a 8 °C hasta realizar el análisis.
3. Se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 h posteriores a su colecta.

#### **B) Preparación de las disoluciones de trabajo**

No aplica

- C) Valoración de las disoluciones de trabajo  
No aplica
- D) Preparación de disolución control  
No aplica
- E) Calibración de equipos  
No aplica

## 7. Fase analítica

- A) Acondicionamiento de la muestra

Las muestras deben estar a temperatura ambiente del Laboratorio al momento de su medición.

- B) Pretratamiento de la muestra

Mezclar la muestra a fin de asegurar una distribución homogénea de sólidos suspendidos a través de todo el cuerpo del líquido.

- C) Determinación de sólidos sedimentables

Colocar la muestra bien mezclada en un cono Imhoff hasta la marca de 1 L. Dejar sedimentar 45 min, una vez transcurrido este tiempo desprender suavemente los sólidos adheridos a las paredes del cono con un agitador; mantener en reposo 15 min más y registrar el volumen de sólidos sedimentables en mg/L.

## 8. Fase Post- analítica

- A) Resguardo de la muestra

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días, contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

- B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infecciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

- C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

Tomar directamente la lectura de sólidos sedimentables del cono Imhoff. Reportar la lectura obtenida en mL/L por hora.

### 9.1 Repetibilidad

Si la materia sedimentable contiene bolsas de líquido y/o burbujas de aire entre partículas gruesas, estimar aproximadamente el volumen de aquellas y restar del volumen de sólidos sedimentados. En caso de producirse una separación de materiales sedimentables y flotables, no deben valorarse estos últimos como material sedimentable. Los resultados inferiores a 0.1 mL/L deben informarse como < 0.1 mL/L. Cuando se analicen volúmenes < 1L, será necesario realizar la corrección de volumen, dividiendo el valor entre el volumen en L. Resultados inferiores a 20 mL/L se expresarán con una cifra decimal. A partir de dicho valor, se expresarán redondeados a la Unidad.

## 9.2 Interferencias

Las derivadas de la descomposición microbiológica de los sólidos por una incorrecta refrigeración de las muestras.

## 10. Referencias

NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua.

NMX-AA-089/2-1992 Protección al ambiente - Calidad del agua.

NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua – Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

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

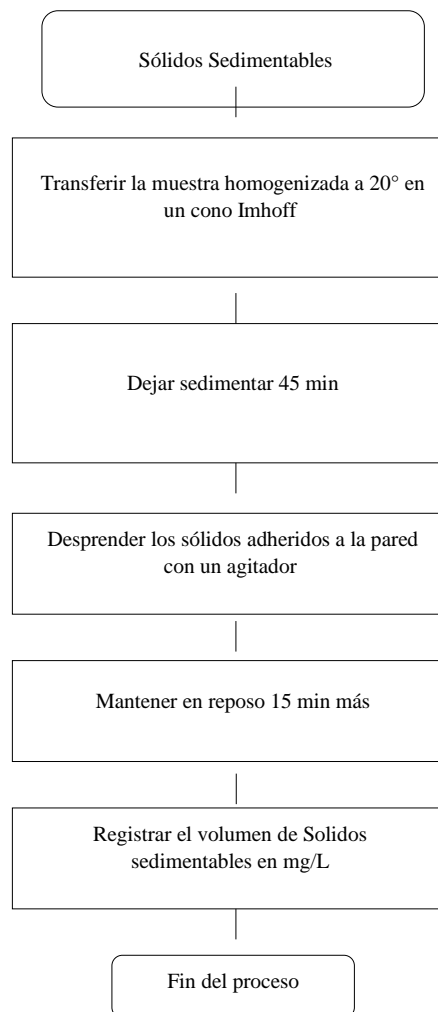
NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980. Aguas residuales.- Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores.- Muestreo.

## 11. Apéndice

**Figura 3.1** Diagrama para la determinación de Sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas



*Fuente de Consulta: Elaboración propia*

## Práctica 4 Medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 1. Introducción

El método de extracción Soxhlet para la determinación de grasas y aceites es aplicable para determinar lípidos biológicos, hidrocarburos ya sea fracciones pesadas o relativamente polares del petróleo y cuando los niveles de grasas no volátiles pueden alterar el límite de solubilidad del solvente. Este método se basa en la adsorción de grasas y aceites en tierra de diatomeas, los cuales son extraídos 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.

### 2. Objetivo

Establecer un método de análisis para la medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

#### 2.1. Descripción de la actividad

Determinar la cantidad grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 3. Referencia normativa

NMX-AA-005-SCFI-2013. Medición de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 4. Términos y definiciones

**Grasas y aceites:** Son los 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 solvente.

**Masa constante:** Es la masa que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado hasta obtener una diferencia  $< 0,0005$  g en dos ciclos consecutivos.

### 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Balanza analítica (precisión de 0,0001 g).
- Estufa de secado capaz de mantener T de  $100 \pm 2$  °C
- Termómetro (alcance de -10°C a 400°C).
- Termómetro (alcance -10°C a 120°C).
- Placa de calentamiento con regulador de temperatura
- Campana de extracción de humos
- Desecador grande
- Equipo de extracción por recirculación del solvente
- Bomba de vacío
- Cartuchos de extracción de celulosa
- Papel filtro, de 11 cm de diámetro cuantitativo (Whatman No. 40 o equivalente)
- Trozos de papel filtro o algodón
- Embudo Büchner de 12 cm de diámetro y matraz kitazato
- Probeta graduada de 1 L con divisiones de al menos 10 mL
- Pinzas metálicas
- Vasos de precipitado de 50 mL
- Varilla de vidrio

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1. Reactivos

- Agua: Debe entenderse agua que cumple con las siguientes características: Conductividad máx: 5,0  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a 25 °C, y b) pH: 5,0 a 8,0.
- Ácido clorhídrico (HCl)
- Hexano ( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ )
- Ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Suspensión de tierra diatomeas-sílice: de aprox. 10 g/L de agua
- Aceite de referencia
- Sílica gel

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

### 6. Fase Pre-analítica

#### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

1. De la superficie del cuerpo de agua coleccionar un volumen de aproximadamente 1 L de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha y tapa con contratapa de plástico o metálica. No se permite la colecta de una muestra compuesta. Dado que la muestra entera se ocupa en esta prueba, no se pueden tomar alícuotas de la muestra para realizar otro tipo de análisis.
2. En caso de existir la presencia de aceites emulsionados en el agua a muestrear, la muestra se toma de 20 cm a 30 cm de profundidad, en el sitio con menor turbulencia para asegurar una mayor representatividad.
3. La muestra debe preservarse por acidificación con ácido clorhídrico 1:1 ó ácido sulfúrico 1:1 a un valor de pH de dos o menor y refrigerarla de 4 °C  $\pm$  2 °C. Para muestras con un pH menor de 8, generalmente es suficiente con adicionar 5 mL. Para aquellas muestras con pH superior a 8 agregar ácido concentrado para evitar la dilución de la muestra. Evitar llenar el frasco completamente para evitar pérdida de grasas y aceites. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 30 días a una temperatura de 4°C.

#### B) Preparación de las disoluciones de trabajo

- Ácido clorhídrico (1:1): Mezclar volúmenes iguales de ácido clorhídrico concentrado y agua.
- Ácido sulfúrico (1:1): Mezclar volúmenes iguales de ácido sulfúrico concentrado y agua.
- Aceite de referencia: Preparar una mezcla de grasas y aceites pesando cantidades aprox. Iguales de aceite mineral y vegetal mixto comercialmente disponibles acorde a la concentración requerida de grasas y aceites y añadirla a 1 L de agua.

#### C) Valoración de las disoluciones de trabajo

No aplica

#### D) Preparación de disolución control

No aplica

#### E) Calibración de equipos

No aplica

## 7. Fase analítica

### A) Acondicionamiento de la muestra

1. Medir el pH de las muestras el cual debe ser de 2 o menor, si no tiene este valor acidifique con ácido clorhídrico 1:1 o ácido sulfúrico 1:1.
2. Para muestras con un pH menor de 8, generalmente es suficiente con adicionar 5 mL de ácido clorhídrico 1:1 ó 2 mL de ácido sulfúrico 1:1; para aquellas muestras con pH superior a 8 agregar ácido concentrado para evitar la dilución de la muestra.

### B) Pretratamiento de la muestra

1. 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.
2. 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.
3. 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 o algodón previamente impregnados de disolvente (hexano), tener cuidado en remover la película de grasa y los sólidos impregnados sobre las paredes; colocar los trozos de papel o algodón en el mismo cartucho.

### C) Determinación de grasas y aceites

1. 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.
2. 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 n-hexano en el equipo de extracción
3. Una vez terminada la extracción recuperar la mayor cantidad del disolvente y evaporar el remanente.
4. El recipiente de extracción libre de disolvente se coloca en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.
5. Pesarse el recipiente de extracción y por diferencia de masa medir las grasas y aceites recuperables.

## 8. Fase Post-Analítica

### A) Resguardo de la muestra

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días, contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

### B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

### C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

Calcular las grasas y aceites recuperables (GYA) en la muestra usando la ecuación 4.

$$GYA = \frac{(m_f - m_1)}{V_m} - \text{blanco} \quad (4)$$

Donde:

GYA: las grasas y aceites recuperables, en mg/L;

$m_f$ : es la masa del recipiente de extracción con el residuo, en mg;

$m_1$ : es el valor de la masa constante del recipiente de extracción vacío, en mg;

$V_m$ : es el volumen de la muestra, en L, y

Blanco: es el valor del blanco de reactivo, en mg/L.

Expresar en mg/L con dos décimas. Reportar los resultados en mg/L con dos décimas, con la precisión correspondiente.

### 9.1 Repetibilidad

El método es completamente empírico y solo se pueden obtener resultados duplicados si se siguen de manera estricta todos los detalles.

### 9.2 Interferencias

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. Existen pérdidas importantes de hidrocarburos de cadena corta y aromáticos simples con puntos de ebullición menores a 150 °C. Puede obtenerse interferencia positiva durante el secado del residuo debido a la adsorción de humedad si no se utiliza un desecador.

## 10. Referencias

NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1.

NMX-AA-089/2-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 2.

NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua – Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

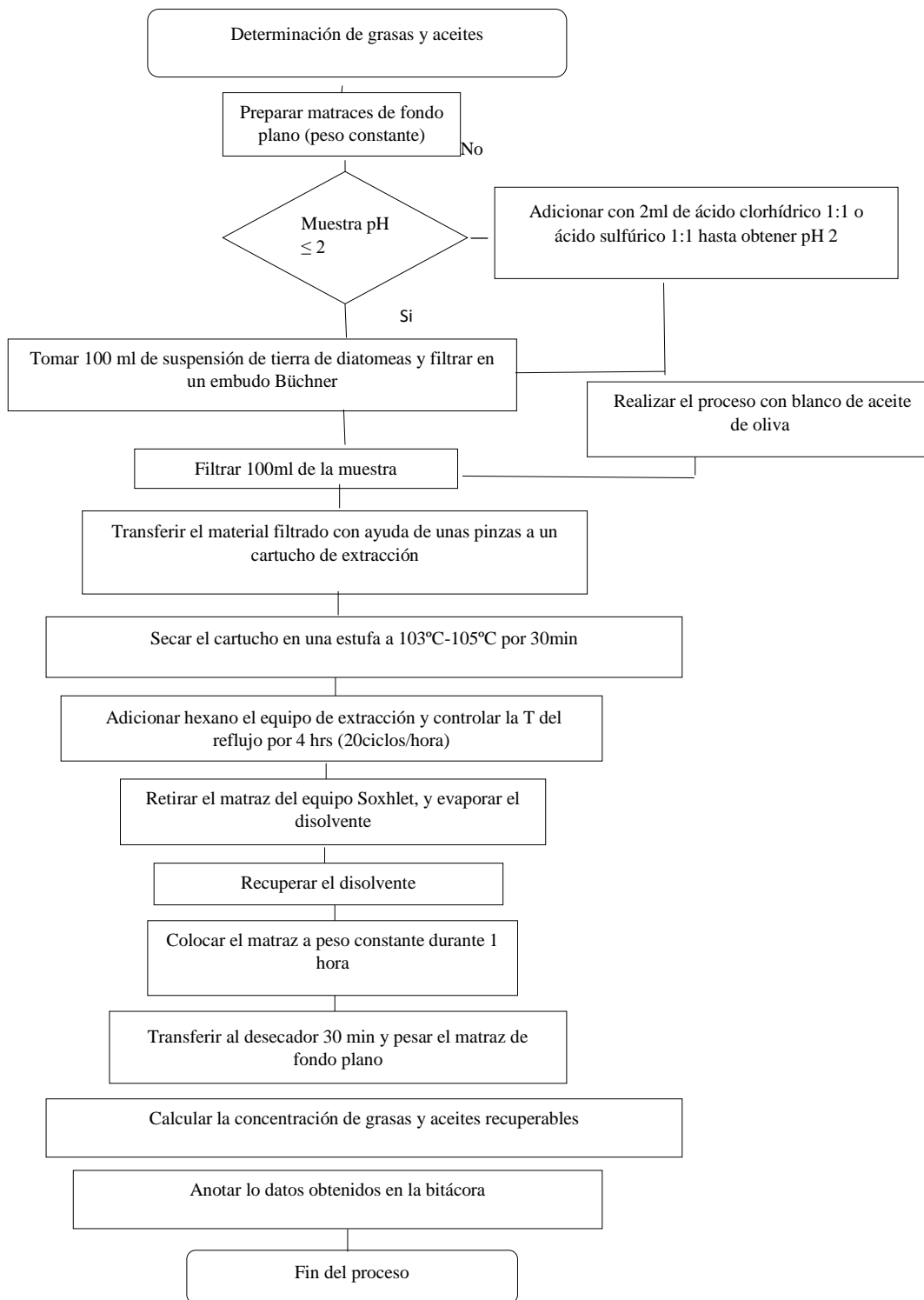
NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980. Aguas residuales.- Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores. - Muestreo.

## 11. Apéndice

**Figura 4.1** Diagrama para la medición de grasas y aceites en aguas naturales, residuales y residuales tratadas



*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*



## Capítulo II. Métodos de prueba físicos

### Práctica 5 Determinación de conductividad electrolítica en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

#### 1. Introducción

Este método se basa en la propiedad que adquiere el agua de conducir la corriente eléctrica cuando tiene iones disueltos. La conducción de la corriente eléctrica en agua, puede explicarse por medio de la disociación electrolítica. Cuando se disuelve en agua un ácido, una base o una sal, una porción se disocia en iones positivos y otra en negativos (Ecuación 5).



Los iones se mueven independientemente y se dirigen a los electrodos de carga opuesta mediante la aplicación de un campo eléctrico. La cantidad de moléculas que se han disociado depende de la concentración de la solución. Las soluciones, al igual que los conductores metálicos obedecen a la Ley de Ohm, excepto en voltajes muy elevados y corrientes de frecuencia muy alta. Si en una solución electrolítica se colocan dos electrodos de área  $A$  separados por una distancia  $d$ , y se aplica un campo eléctrico  $E$ , la diferencia de potencial  $V$  entre los electrodos será proporcional a la distancia  $d$  y al campo eléctrico  $E$  (Ecuación 6).

$$V = dE \quad (6)$$

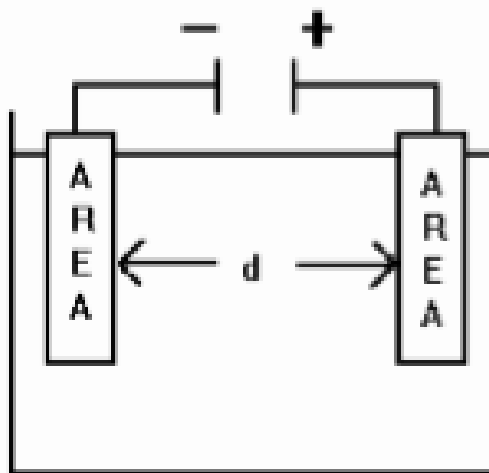
Donde:

$V$ : es la diferencia de potencial entre los electrodos en volts;

$E$ : es el campo eléctrico aplicado en amperes, y

$D$ : es la distancia de separación entre las placas en cm.

**Figura 3.1** Diagrama de conductividad electrolítica



Fuente de Consulta: Elaboración propia

La conductancia específica o conductividad  $\sigma$  es inversamente proporcional a la resistencia eléctrica y está definida por la relación (Ecuación 7):

$$\sigma = \frac{J}{E} \quad (7)$$

Donde:

$J$ : es la densidad de corriente, y  $E$  es la carga eléctrica.

La densidad de corriente  $J$  se define a su vez por la ecuación 8:

$$J = \frac{I}{A} \quad (8)$$

Donde:

I: es la intensidad de corriente, y

A: es el área.

Combinando las ecuaciones se obtiene que la diferencia de potencial V (Ecuación 9) es:

$$V = \frac{Id}{A} \quad (9)$$

Al valor  $d/\sigma A$  se le conoce como la resistencia que presenta la disolución al paso de la corriente y se denota por la letra R (Ecuación 10).

$$R = \frac{Id}{\sigma A} \quad (10)$$

Por lo que la ecuación se transforma en la ley de Ohm (Ecuación 11):

$$V = IR \quad (11)$$

De la ecuación 12 ( $\sigma$ ) se obtiene que las unidades de la conductancia específica son:

$$\sigma = \frac{d}{RA} = \frac{cm}{ohm \cdot cm^2} = \frac{1}{ohm \cdot cm} = \frac{Siemen}{cm} \quad (12)$$

La ecuación anterior permite el cálculo de la conductancia específica de la disolución conociendo su resistencia y las dimensiones de la celda de conductividad. Se define como constante K (Ecuación 13) de la celda de conductividad a la relación existente entre la distancia de los electrodos d, y su área A.

$$K = \frac{d}{A} \quad (13)$$

Por lo que la fórmula de conductividad está dada por la ecuación 14:

$$\sigma = \frac{K}{R} \quad (14)$$

Una vez medida la resistencia de la solución o su inverso la conductividad y conociendo la constante de la celda se conoce la conductancia específica de la solución  $\sigma$ .

## 2. Objetivo

Establecer el método de prueba para la determinación de la conductividad electrolítica en agua y es aplicable para agua potable, natural, tratada, residual, salina y residual tratada.

### 2.1. Descripción de la actividad

Determinar la conductividad electrolítica en aguas y es aplicable para aguas potables, naturales, residuales, salinas y residuales tratadas.

## 3. Referencia normativa

NMX-AA-093-SCFI-2000. Determinación de la conductividad electrolítica

## 4. Términos y definiciones

**Calibración inicial:** El análisis de un mínimo de tres concentraciones distintas de estándares de los analitos de interés. Una concentración deberá estar cerca del límite de detección del método (LDM) y otra cercana al límite del intervalo lineal del método (LIL).

**Conductancia:** Es la propiedad que tiene una sustancia de permitir el paso de la corriente eléctrica originada por una diferencia de potencial. Se expresa en siemens (S) equivalente a Ohm a la menos uno ( $\Omega^{-1}$ ).

**Conductividad electrolítica o conductancia específica. ( $\sigma$ ):** Recíproco de la resistencia en Ohm (Ecuación 15) medida entre las caras opuestas de  $1 \text{ cm}^3$  de solución acuosa a una temperatura específica.

$$\sigma = \frac{1}{R_s} = \frac{K}{R_m} [=] \frac{\text{Siemens}}{\text{centímetro}} [=] \frac{S}{\text{cm}} \quad (15)$$

Donde:

$R_s$ : es la resistencia específica, y

$R_m$ : es la resistencia medida.

Unidades (Ecuación 16)

$$1 \frac{S}{\text{cm}} [=] 10^4 \frac{\mu S}{\text{cm}} = 10^3 \frac{mS}{\text{m}} \quad (16)$$

**Constante de celda (K):** A la relación que existe entre la distancia de los electrodos  $d$ , y su área  $A$  (Ecuación 17)

$$K = \frac{d}{A} = \frac{1}{\text{cm}} = \text{cm}^{-1} \quad (17)$$

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

**Resistencia(R):** Es la propiedad que tiene una sustancia de oponerse al paso de una corriente eléctrica originada por una diferencia de potencial, se expresa en Ohm( $\Omega$ ). La resistencia de un conductor es inversamente proporcional a su área de sección transversal y directamente proporcional a su longitud.

**Resistividad electrolítica (R):** La resistencia en Ohms medida entre las caras opuestas de  $1 \text{ cm}^3$  de una solución acuosa a una temperatura específica.

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Termómetro
- Celda de conductividad
- Celda de conductividad tipo electrodo de platino. Este tipo de celda es en forma de pipeta o de inmersión. La elección de la celda depende de la amplitud esperada de conductividad y de la amplitud de resistencia del instrumento.
- Las celdas de flujo continuo (directo) o en línea deben ser usadas para mediciones de conductividades abajo de  $10 \mu\text{S}/\text{cm}$ , para evitar contaminación de la atmósfera. Se recomienda que el flujo a través de la celda sea de  $0,3\text{m}/\text{s}$ .
- Electrodo de platino o platinizados. Los electrodos platinizados pueden ser usados para todas las determinaciones, excepto para conductividades abajo de  $0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$ . No son muy recomendables para agua residual, se contaminan fácilmente.
- Electrodo hechos de metales comunes duraderos (acero inoxidable entre otros) para mediciones continuas en campo o rutinarias. La calibración de estas celdas debe realizarse mediante el uso de una solución patrón y mediante comparación de la conductividad de la muestra con los resultados obtenidos con un instrumento de laboratorio.

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

## 5.1. Reactivos

- Agua: Debe entenderse agua que cumple con las siguientes características: Conductividad máx: 5,0  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a 25 °C, y b) pH: 5,0 a 8,0.
- Cloruro de Potasio
- Cloruro de Sodio

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

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

Cuando sea posible, debe efectuarse la determinación de conductividad directamente en el punto de muestreo sin extraer muestra; si no es posible, tome un volumen mínimo requerido según el instrumento empleado en un envase de polietileno limpio y determine la conductividad de inmediato.

La determinación de conductividad debe realizarse lo más pronto posible, en especial cuando existe la posibilidad de un intercambio de gases tales como Dióxido de Carbono ( $\text{CO}_2$ ) y Amonio ( $\text{NH}_4^+$ ) con la atmósfera, o una posible actividad biológica. Si no es posible la determinación en el sitio de muestreo tomar la muestra en un recipiente de polietileno de alta densidad, con sello hermético, y llenar completamente el recipiente.

### B) Preparación de las disoluciones de trabajo

No aplica

### C) Valoración de las disoluciones de trabajo

No aplica

### D) Preparación de disolución control

- Disolución A, patrón de Cloruro de Potasio 0.1 mol/L: secar el Cloruro de Potasio, disolver 7.456 g en agua a 25 °C y aforar a 1 000mL. La conductividad de la solución a 25°C es de 1 290 mS/m
- Disolución B, patrón de Cloruro de Potasio 0.01mol/L: Diluir 100mL de la disolución de 0.1 mol/L con agua a 1 000mL a 25°C. La conductividad de la disolución a 25°C es de 141 mS/m
- Disolución C, patrón de Cloruro de Potasio 0.001mol/L: Diluir 100 mL de la disolución B con agua a 1 000mL a 25°C. La conductividad de la solución a 25°C es de 14.7 mS/m, y
- Disolución D, patrón de Cloruro de Sodio 1 000mg/L: Secar a 105 °C durante 2 h. Pesar 1 g de NaCl y disolver en agua a 25 °C, aforar a 1 000mL. La conductividad de la disolución a 25°C es de 199 mS/m.

Nota: Ver tabla 1 y 2 que se presentan a continuación en el apartado de calibración de equipos.

### E) Calibración de equipos

1. Calibración del medidor de conductividad: Si el equipo no se usa frecuentemente, calibre el instrumento antes de cada determinación.
2. El instrumento debe ser calibrado con una disolución patrón de Cloruro de Potasio (KCl) o de Cloruro de Sodio (NaCl) cuyo valor de conductividad sea conocido y esté cercano al intervalo de la conductividad esperada y de la amplitud de resistencia del instrumento Tabla 1 y Tabla 2.

**Tabla 5.1** Conductividad electrolítica de disoluciones de Cloruro de Potasio (KCl)

Concentración de Cloruro de Potasio (KCl) mol/L	Conductividad electrolítica a 25°C $\mu\text{S/m}$
0.0005	7.4
0.001	14.7
0.005	72
0.01	141
0.02	277
0.05	670
0.1	1290
0.2	2480

Fuente de Consulta: Elaboración Propia

**Tabla 5.2** Conductividad electrolítica de disoluciones de Cloruro de Sodio (NaCl)

Concentración de Cloruro de Sodio (NaCl) mol/L	Conductividad electrolítica a 25°C ( $\mu\text{S/m}$ )
0.001	12.4
0.01	118.6
0.1	1066
0.5	4665

Fuente de Consulta: Elaboración Propia

## 7. Fase analítica

### A) Acondicionamiento de la muestra

1. Preparar el equipo para su uso de acuerdo a las instrucciones del fabricante y seleccionar un electrodo con la constante de celda apropiada para el intervalo de medición en que se usará con la cantidad de muestra necesaria para el equipo. Las muestras y la disolución de calibración deben estar a 25°C de preferencia o a la temperatura ambiente.
2. Determinar la temperatura de la muestra.

### B) Pretratamiento de la muestra No aplica

### C) Determinación de conductividad electrolítica

1. Enjuagar la celda con porciones de la disolución de prueba antes de realizar la medición para evitar contaminación de la muestra por electrolitos.
2. Sumergir la celda en la disolución de prueba, el nivel de la disolución debe cubrir los orificios de ventilación de la celda, agitar la celda verticalmente para expulsar las burbujas de aire.
3. Seleccionar el rango adecuado de medición en el instrumento, una vez que se estabilice la lectura, anotar el valor de conductividad.
4. Después de cada determinación, retirar la celda de la disolución y enjuagarla con agua desionizada.
5. Reportar los resultados como conductancia específica o conductividad,  $\mu\text{S/m}$  a 25°C.

## 8. Fase Post-Analítica

### A) Resguardo de la muestra

Guardar la muestra en refrigeración durante 15 días contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

### B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

Si se cuenta con un conductímetro con compensador de temperatura no se requiere hacer cálculos.

Cuando se mide la resistencia de la muestra, la conductividad a 25°C es Ecuación 19:

$$\sigma = \frac{(1 \times 10^6)K}{R_m + 0,0191(t - 25)} \quad (19)$$

Donde:

$\sigma$ : es la conductividad,

S/cm; K es la constante de celda, cm<sup>-1</sup>;

R<sub>m</sub>: es la resistencia medida de la celda, ohms, y

T: es la temperatura de medición, °C

Cuando se mide la conductividad de la muestra, dicha conductividad a 25°C es Ecuación 20:

$$\sigma = \frac{m(1 \times 10^6)K}{1 + 0,0191(t - 25)} \quad (20)$$

Donde:

m: es la conductividad medida,  $\sigma$  a t°C.

Expresar los resultados en  $\mu\text{S/m}$  a 25°C.

La NOM- 001- SEMARNAT-1996, La NOM- 002- SEMARNAT-1996 y la NOM- 003- SEMARNAT-1997 estipulan la interpretación de resultados con los límites máximos permisibles para contaminantes.

### 9.1. Repetibilidad

- Cuando el agua contenga grandes cantidades de material en suspensión es preferible dejarla sedimentar antes de medir la conductividad con objeto de disminuir la posibilidad de ensuciar el electrodo de la celda.
- Evitar que las grasas y aceites cubran el electrodo, porque afectan la precisión de la lectura.
- Eliminar las burbujas de aire presentes en la celda de medición.

### 9.2. Interferencias

La exposición de muestras a la atmósfera puede causar cambios en la conductividad/ resistividad, debido a la pérdida o ganancia de gases disueltos (CO<sub>2</sub> y NH<sub>4</sub><sup>+</sup>). En caso de aguas de bajas concentraciones de materiales disueltos ionizados. El CO<sub>2</sub>, normalmente presente en el aire puede drásticamente cambiar la conductividad/ resistividad del agua pura. El contacto con aire puede evitarse usando celdas en línea o de flujo continuo.

## 10. Referencias

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

NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980 Aguas residuales.- Muestreo.

NMX-AA-007-SCFI-2000 Análisis de agua - Determinación de la temperatura en aguas naturales y residuales - Método de prueba.

NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores.- Muestreo.

NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente- Calidad del agua

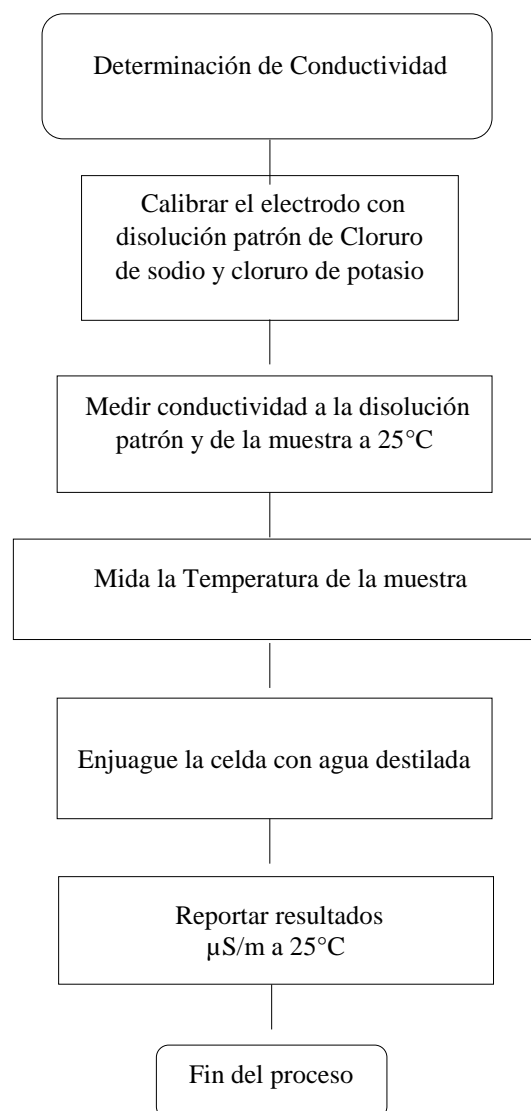
NMX-AA-115-SCFI-2000 Análisis de agua.- Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

## 11. Apéndice

**Figura 5.1** Diagrama para la medición de conductividad electrolítica en aguas naturales, residuales y residuales tratadas



*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

## Práctica 6 Determinación de pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 1. Introducción

El método consiste en la determinación de la actividad de los iones hidrógeno por medidas potenciométricas usando un electrodo combinado o un electrodo estándar de hidrógeno de vidrio con un electrodo de referencia. La medición del pH del agua es muy importante para muchos tipos de muestra. Los valores altos y bajos de pH son tóxicos para organismos acuáticos, ya sea directa o indirectamente. Es el parámetro más importante utilizado en la evaluación de las propiedades corrosivas de un medio ambiente acuático. Asimismo, es importante para el funcionamiento efectivo de los procesos de tratamiento de aguas y su control (por ejemplo, floculación y desinfección con cloro), el control de disolución de metales en canales y conductos y tratamiento biológico de aguas residuales y los vertidos de aguas residuales. Los métodos electrométricos están basados en la medición de la diferencia de potencial de una celda electroquímica, la cual consta de dos medias celdas, la primera consiste en un electrodo de medición y la segunda en un electrodo de referencia. El potencial del electrodo de medición es una función de la actividad del ion hidrógeno de la disolución de medición. La medición del valor de pH está basada en la diferencia de potencial de una celda electroquímica empleando un pHmetro adecuado. El valor de pH de una medición depende de la temperatura debido al equilibrio de disociación. Por lo tanto, la temperatura de la muestra siempre debe ser reportada en conjunto con el pH de la muestra.

### 2. Objetivo

Establecer el método de prueba para la determinación de pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, en el intervalo de pH 0 a pH 14 y en un intervalo de temperatura de 0 °C a 50 °C.

#### 2.1 Descripción de la actividad

Determinar el pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, en el rango de pH 0 a pH 14 y en un intervalo de temperatura de 0 °C a 50 °C.

### 3. Referencia normativa

NMX-AA-008-SCFI-2016. Medición de pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 4. Términos y definiciones

**pH:** El pH se define en términos de la actividad relativa de los iones de hidrógeno en la disolución (Ecuación 21):

$$pH = -\log a_H = -\log(m_H \gamma_h / m^0) \quad (21)$$

Donde  $a_H$  es la actividad relativa del ión hidrógeno (en base molal);  $\gamma_h$  es el coeficiente de actividad molal del ión hidrógeno  $H^+$  a la molalidad  $m_H$ , y  $m^0$  es la molalidad estándar. La magnitud pH es considerada como una medida de la actividad de los iones hidrógeno en la disolución

**Patrón de referencia:** Patrón, en general de la más alta calidad metrológica (con certificado de trazabilidad) disponible en un lugar dado, o en una organización determinada, del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

**Patrón de trabajo:** Patrón que es usado rutinariamente para verificar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia. Otros términos aplicables a este concepto en el contexto de la verificación son “patrón de verificación” y “muestra control”.

**pHmetro:** Entiéndase equipo medidor de pH.



## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Electrodo correspondiente al pHmetro.
- Vasos de precipitado
- Piceta

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1. Reactivos

- Agua destilada o desionizada: Debe entenderse agua que cumple con las siguientes características: a) Conductividad máx: 5,0  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a 25 °C, y b) pH: 5,0 a 8,0.
- Patrón de referencia
- Patrón de trabajo: Debe de ser de diferente lote y/o marca del utilizado como patrón de referencia, puede ser comercial.
- Disoluciones amortiguadoras de pH de referencia: Utilizar las disoluciones B, C, D, F e I, como disoluciones amortiguadoras de pH de referencia comerciales que no estén afectadas por el crecimiento de microorganismos: Si las disoluciones no se esterilizan son estables durante aproximadamente 6 semanas. El dióxido de carbono de la atmósfera afecta a disoluciones de pH con valores de pH de más de 4.

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

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

El valor de pH puede cambiar rápidamente en la muestra de agua como resultado de procesos químicos, físicos o biológicos. Por esta razón, es recomendable medir el pH directamente del cuerpo de agua, si esto no es posible, tomar al menos 500 mL de muestra de agua en un recipiente de muestreo y medir sin exceder las 6 h después de la toma de muestra, cuando éste sea el caso señalar en el informe final de laboratorio el tiempo en que se midió el pH.

Cuando se está recolectando la muestra, evitar el intercambio de gases, ejemplo la liberación de dióxido de carbono entre las muestras y el aire del ambiente. Llenar el recipiente completamente y taponarlo adecuadamente evitando en la medida de lo posible la formación de burbujas. Las muestras deberán mantenerse a  $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  y en la obscuridad o protegido de la luz solar, durante su transporte y almacenamiento.

- B) Preparación de las disoluciones de trabajo  
No aplica
- C) Valoración de las disoluciones de trabajo  
No aplica
- D) Preparación de disolución control

La selección de las disoluciones patrón de referencia indicadas anteriormente, estará en función del pH esperado en la muestra problema, lo cual se puede saber mediante un análisis rápido, por medio de una tira indicadora de pH, la cual se humedece con la muestra problema y con ayuda de la escala de colores provista por el fabricante de las tiras indicadoras, realiza una estimación del valor esperado de pH, esto es importante sobre todo cuando se realiza la calibración solo a dos puntos.

## E) Calibración de equipos

1. Para asegurar la buena funcionalidad del electrodo de pH, se debe realizar el mantenimiento, limpieza y verificación periódica, de acuerdo con las instrucciones del fabricante y a lo establecido por el propio laboratorio, todo lo anterior debe quedar documentado.
2. Atemperar las disoluciones patrón de referencia para la calibración y patrones de trabajo para la verificación (muestra control), que serán utilizadas, siempre que sea posible éstas no deberán variar en  $\pm 5$  °C, de la muestra problema
3. Cuando se usa un electrodo de pH sin un sensor de temperatura interno, sumergir el sensor de temperatura o el termómetro en la disolución, al mismo tiempo, para todas las mediciones que se efectúen
4. Lea cuidadosamente el manual del equipo, Calibrar el electrodo en el intervalo requerido, en función de la muestra problema que se desea medir, ya sea en 2 puntos usando disoluciones patrón de referencia o realizar la calibración en 3 puntos usando disoluciones patrón de referencia siguiendo instrucciones del fabricante, en ambos casos.
5. Registrar los valores iniciales obtenidos de la calibración, así como la temperatura a la cual se efectuó la medición, en caso de que no se realice con equipo con compensador de temperatura. El valor práctico de la pendiente debe ser de al menos 95 % de la pendiente teórica, a menos que el fabricante del equipo especifique otro valor
6. Una vez que la calibración se ha realizado de manera exitosa, esta se deberá comprobar, realizando al menos 3 lecturas de cada una de estas mismas disoluciones patrón de referencia. Llevando a cabo lecturas independientes consecutivas, de la misma alícuota, enjuagar el electrodo de pH con agua destilada o desionizada, entre cada lectura. La medición no debe desviarse por más de  $\pm 0.05$  unidades de pH del valor nominal del patrón de referencia usado y entre las lecturas independientes realizadas no deberá haber una diferencia mayor a 0.03 unidades de pH entre ellas, registrar para cada lectura de pH, la temperatura a la cual se efectuó la medición, en caso de que no se realice con equipo con compensador de temperatura.
7. En caso de que la variación de las lecturas no sea la adecuada, repetir el procedimiento y reemplazar las disoluciones o el electrodo de pH si es necesario.
8. Posteriormente se deberá medir al menos una disolución patrón de trabajo (muestra control), llevando a cabo al menos 3 lecturas independientes consecutivas, de la misma alícuota, enjuagar el electrodo de pH con agua destilada o desionizada, entre las lecturas independientes realizadas no deberá haber una diferencia mayor a 0.03 unidades de pH entre ellas, registrar para cada lectura de pH, la temperatura a la cual se efectuó la medición, en caso de que no se realice con equipo con compensador de temperatura.
9. Preferentemente utilizar la disolución patrón de trabajo que más se asemeje a la muestra problema que se desea medir. Cada laboratorio deberá establecer los criterios de aceptación y rechazo, de esta disolución patrón de trabajo (muestra control).
10. En caso de que la variación de las lecturas no sea la adecuada, repetir el procedimiento y reemplazar las disoluciones o el electrodo de pH si es necesario.

## 7. Fase analítica

- A) Acondicionamiento de la muestra  
No aplica.
- B) Pretratamiento de la muestra  
No aplica.

### C) Determinación de pH

1. Una vez que el equipo esta calibrado y verificado correctamente, como se menciona en los puntos descritos anteriormente, se procede a realizar la medición de la muestra problema. Cuando sea posible, medir las muestras directamente del cuerpo de agua, en caso de no ser posible, extraer y realizar las mediciones sobre esta alícuota.
2. Sumergir el electrodo en la muestra problema, agitar levemente, esperar que la lectura de pH se estabilice, obtener y registrar al menos tres lecturas sucesivas independientes, entre cada medición enjuagar el electrodo de pH con agua destilada o desionizada y secar. La variación de las tres lecturas obtenidas no deberá desviarse más de 0,03 unidades de pH. Sólo en caso de que el equipo no cuente con compensador de temperatura, registrar el valor de temperatura a la cual se realizó la medición.
3. Reportar el promedio obtenido acompañado del dato de temperatura, sólo en caso de que el equipo no cuente con compensador de temperatura; de igual forma si la medición no se realizó al momento de la colecta de muestra indicar el tiempo transcurrido, el cual no debe exceder las 6 h de la toma de muestra.
4. Si las tres lecturas consecutivas difieren en más de 0.03 unidades de pH, repetir si es posible con otra porción de la muestra problema, en caso de que esto no sea posible o persista el problema repetir desde el procedimiento de calibración.

## 8. Fase Post- analítica

### A) Resguardo de la muestra

Guardar a muestra en refrigeración durante 15 días contados a partir de la fecha de emisión de los resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

### B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

### C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

No aplica. Reportar el valor promedio de pH de las tres mediciones de las lecturas independientes redondeando a una cifra decimal. La NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 y la NOM-003-SEMARNAT-1997 estipulan la interpretación de los resultados con los límites máximos permisibles para contaminantes.

### 9.1. Repetibilidad

En caso de que el equipo no cuente con compensador de temperatura, realizar la corrección correspondiente y reportar el promedio del valor corregido. Reportar la temperatura promedio a la cual se efectuó la medición, redondeando al entero y en grados Celsius. De igual forma si la medición no se realizó al momento de la colecta de muestra indicar el tiempo transcurrido, el cual no debe exceder las 6 h, de la toma de muestra.

## 9.2. Interferencias

Las capas de materiales aceitosos presentes en algunos tipos de aguas pueden disminuir la respuesta del electrodo. Se limpian suavemente con un paño o mediante lavado con detergente y enjuague con agua destilada. Puede ser necesario un tratamiento adicional con HCl 1+9 para remover la película remanente.

## 10. Referencias

NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua

NMX-AA-089/2-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua

NMX-AA-115-SCFI-2015 Análisis de agua – Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

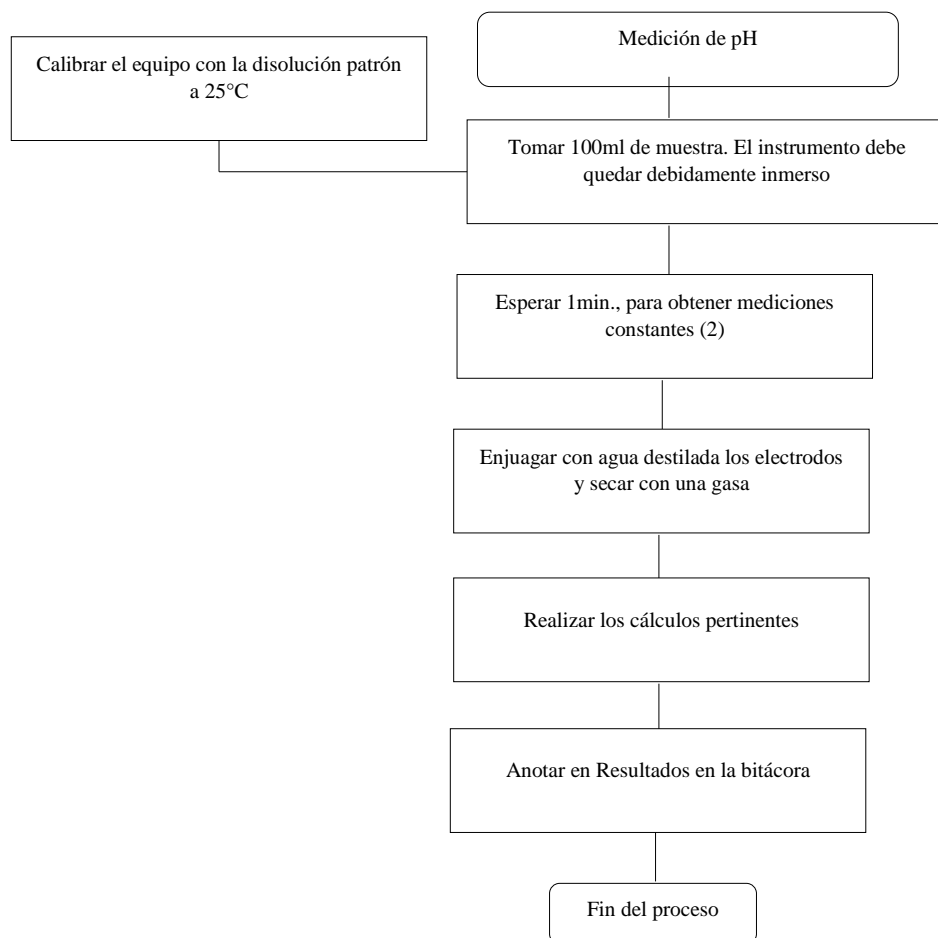
NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980. Aguas residuales. - Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores. - Muestreo

## 11. Apéndice

**Figura 6.1** Diagrama para la determinación de pH En aguas naturales, residuales y residuales tratadas



*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

## Práctica 7 Determinación de temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 1. Introducción

El presente método de prueba para la determinación de temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas se basa en el principio de las propiedades de los materiales de dilatarse o contraerse con los cambios de temperatura o en las propiedades eléctricas de los mismos con los que se realizará la medición; estas propiedades son siempre las mismas para una temperatura dada, lo que permite graduar los instrumentos de medición.

### 2. Objetivo

Establecer el método de prueba para la medición de la temperatura, cuando se usan instrumentos de medición directa o instrumentos que indican expansiones o fuerzas proporcionales en los cambios de temperatura, en aguas naturales crudas no salinas (epicontinentales, subterráneas y pluviales), en aguas salinas (marinas, costeras, de estuarios, esteros, marismas y subterráneas), aguas residuales crudas municipales e industriales y aguas residuales tratadas municipales e industriales en el intervalo comprendido entre 0 °C y 45 °C.

Este método tiene como alcance; para su uso doméstico, como fuente de abastecimiento de agua potable, público urbano, recreativo con y sin contacto directo, riego agrícola, pecuario, acuicultura, industrial y protección de la vida acuática marina y de agua dulce y descarga en cuerpos receptores y alcantarillado municipal o reúso y es de aplicación nacional.

#### 2.1. Descripción de la actividad

Determinar la temperatura, por medio de instrumentos de medición directa o instrumentos que indican expansiones o fuerzas proporcionales en los cambios de temperatura, en aguas naturales crudas no salinas (epicontinentales, subterráneas y pluviales), en aguas salinas (marinas, costeras, de estuarios, esteros, marismas y subterráneas), aguas residuales crudas municipales e industriales y aguas residuales tratadas municipales e industriales en el intervalo comprendido entre 0 °C y 45 °C.

### 3. Referencia normativa

NMX-AA-007-SCFI-2013 Medición de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 4. Términos y definiciones

**Calibración:** El conjunto de operaciones que tiene por finalidad determinar los errores de un instrumento para medir y, de ser necesario, otras características metrológicas.

**Escala Internacional de Temperatura 1990 (ITS-90):** Es la escala de temperatura adoptada por el Comité Internacional sobre Pesas y Medidas en 1989, que se define operacionalmente en términos de técnicas termométricas aplicables en intervalos definidos de temperatura

**Grado Celsius:** Es la unidad de la escala de temperatura definida por el punto del hielo fundente al que se le atribuye el valor de cero grados (0 °C) y el de ebullición del agua al que se le atribuye el valor cien grados (100 °C), ambos puntos determinados a la presión de 101,325 kPa.

**Grado Fahrenheit:** Es la unidad de la escala de temperatura utilizada comúnmente en Estados Unidos de Norte América. Para esta escala, se atribuye el valor de 32 °F al punto del hielo fundente y el valor de 212 °F al de ebullición del agua, ambos puntos determinados a la presión de 101.325 kPa. La relación entre la temperatura expresada en grado Fahrenheit y en grado Celsius es:  $t(\text{Fahrenheit}) = (9/5) t(\text{Celsius}) + 32$ .

**Kelvin:** Es la unidad de la escala de temperatura del Sistema Internacional de Unidades cuyo símbolo es K. La escala de temperatura kelvin se define por asignación del valor igual a 273,16 K a la temperatura del punto triple del agua.

**Instrumentos o termómetros que indican expansiones o fuerzas proporcionales en los cambios de temperatura:** Las expansiones o fuerzas proporcionales a los cambios de temperatura, dentro de la gama de construcción y calibración del instrumento, son registradas por sistemas amplificadores mecánicos, eléctricos, electrónicos o combinación de ellos, para obtener las lecturas de temperatura.

**Temperatura:** Potencial o grado calorífico referido a un cierto cuerpo.

**Termómetro:** Instrumento que usualmente se pone en contacto con la sustancia cuya temperatura desea conocerse hasta que se alcance el equilibrio térmico. Dicho dispositivo, cuando está correctamente calibrado, permite obtener indirectamente el valor de temperatura, midiendo el cambio de alguna propiedad de un constituyente del mismo termómetro que varía monotónicamente con la temperatura.

**Termómetro de inmersión completa:** Termómetro de líquido en vidrio, diseñado para indicar valores correctos de temperatura cuando el cuerpo completo del termómetro está sumergido en el líquido que se examina.

**Termómetro de inmersión parcial:** Termómetro de líquido en vidrio, diseñado para indicar valores correctos de temperatura cuando el bulbo y una porción definida del vástago están expuestos a la temperatura por medir. El nivel de inmersión que debe coincidir con la superficie libre del cuerpo líquido está indicado por una marca sobre el vástago del termómetro. La porción remanente del vástago se encuentra usualmente expuesta al aire.

**Termómetro de inmersión total:** Termómetro de líquido en vidrio, diseñado para indicar valores correctos de temperatura cuando el bulbo y la porción del vástago que contiene el líquido están expuestos a la temperatura por medir. La profundidad de inmersión del termómetro debe ajustarse de forma que el nivel superior del líquido del termómetro coincida con la superficie libre del líquido que se examina.

**Termómetro de vidrio con columna de mercurio:** Termómetro que se basa en la dilatación del mercurio líquido para indicar la temperatura. Consta básicamente de un bulbo de vidrio que contiene el mercurio, soldado a un tubo capilar de vidrio de diámetro uniforme, graduado y sellado en su otra extremidad.

**Termómetro de resistencia de platino:** Termómetro que se basa en la variación de la resistencia de un sensor, constituido por un hilo de platino, en función de la temperatura.

**Termómetro de termistor:** Termómetro que se basa en la medición de la variación de resistencia de un sensor, constituido por un elemento semiconductor, en función de la temperatura. El termistor se utiliza en el intervalo de temperatura en el que la resistencia del elemento semiconductor disminuye monotónicamente cuando la temperatura se incrementa.

**Termómetro de termopar:** Termómetro que se basa en el cambio de la diferencia de potencial que se establece en un termoelemento constituido por la soldadura entre dos metales o aleaciones metálicas diferentes cuando cambia la temperatura de la soldadura. El termopar se constituye por la asociación de dos termoelementos cuyas soldaduras se encuentran a temperaturas distintas.

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Horno de secado capaz de mantener una temperatura de  $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$
- Balanza analítica calibrada, con una precisión de 0.0001g)
- Equipo de filtración al vacío y mangueras
- Placa de calentamiento con regulador de temperatura
- Termómetro o juego de termómetros de líquido en vidrio, con graduación de al menos  $1\text{ °C}$ , para cubrir el intervalo de  $-1\text{ °C}$  a  $101\text{ °C}$ .
- Termómetro con sensor de termistor, con una resolución de lectura de al menos  $0,5\text{ °C}$ , para cubrir el intervalo de  $-1\text{ °C}$  a  $101\text{ °C}$ .
- Termopar, con una resolución de lectura de al menos  $0,5\text{ °C}$ , para cubrir el intervalo de  $-1\text{ °C}$  a  $101\text{ °C}$ .

- Termómetro con resistencia de Pt, con una resolución de lectura de al menos 0,5 °C, para cubrir el intervalo de -1 °C a 101 °C
- Vasos de precipitado.

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1 Reactivos

- Agua: Debe entenderse agua que cumple con las siguientes características: a) Conductividad máx: 5.0  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a 25 °C, y b) pH: 5.0 a 8.0.

Nota: Todos los reactivos que se emplean en la determinación deben ser grado analítico.

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

1. Para esta medición no se requiere preparación ni conservación de las muestras.
2. Las determinaciones de temperatura deben efectuarse de inmediato en el lugar de muestreo.
3. Cuando sea preciso extraer una muestra, se toma un volumen aproximado de 1 L para termómetros de inmersión parcial en un envase de polietileno, de vidrio limpio o de doble pared y aproximado de 500 mL para Termopar u otro instrumento, en un envase de polietileno, de vidrio limpio o de doble pared; se determina la temperatura de inmediato.
4. Si la temperatura del cuerpo de agua o de la descarga es apreciablemente mayor o menor que la del ambiente (diferencia de temperatura superior a 5 °C), se recomienda extraer la muestra mediante un recipiente de muestreo y colocarlo posteriormente en un recipiente de doble pared, colocar la tapa y medir de inmediato la temperatura.

### B) Preparación de las disoluciones de trabajo No aplica

### C) Valoración de las disoluciones de trabajo No aplica

### D) Preparación de disolución control No aplica

### E) Calibración de equipos

## Verificación de los termómetros

La trazabilidad de los valores de temperatura reportados por quien aplique esta norma mexicana, con la Escala Internacional de Temperatura, se obtiene con el empleo de termómetros de uso rutinario, calibrados o verificados por comparación de lecturas con termómetros calibrados con trazabilidad demostrable al sistema internacional de unidades, y por aplicación de las correcciones, obtenidas de la calibración, a los valores de lecturas de las temperaturas obtenidas en las pruebas.

### Verificación de los termómetros de uso rutinario:

1. Esta verificación se efectúa por comparación de las lecturas del termómetro que se verifica con las de un termómetro calibrado, ambos termómetros se sumergen juntos en un mismo baño maría o en un mismo equipo comercial para calibración de termómetros. La verificación del termómetro se realiza a partir de una temperatura de 10 °C, en una serie de puntos espaciados dentro del intervalo del termómetro a verificar.
2. Ajustar la temperatura del baño maría por debajo de la primera temperatura por verificar. Introducir el (los) termómetro(s) por verificar en el baño maría, junto al termómetro calibrado de forma que los bulbos se sitúen en el mismo nivel de profundidad.

3. Actuar sobre el ajuste de temperatura del baño maría de forma que la temperatura se incremente lentamente a velocidad uniforme a medida que se acerque al punto de verificación. En la vecindad inmediata del punto de verificación, la velocidad de incremento de temperatura debe ser menor que una graduación en 5 min.
4. En el punto de verificación, registrar las lecturas de temperatura del (los) termómetro(s) por verificar y del termómetro calibrado. En caso de ser necesario, anotar la altura de columna emergente de los termómetros de inmersión total para calcular las correcciones de lectura correspondientes.
5. Aumentar la velocidad de incremento de temperatura del baño maría hasta acercarse al punto de verificación siguiente y repetir hasta llegar a 45 °C
6. Frecuencia de control de verificación de los termómetros anualmente.

### **7. Fase analítica**

- A) Acondicionamiento de la muestra  
No aplica
- B) Pretratamiento de la muestra  
No aplica
- C) Determinación de temperatura
  1. Sumergir el termómetro, en posición centrada en el recipiente, hasta la marca de inmersión parcial o hasta una graduación apropiada si el termómetro es de inmersión total. Aplicar ligeros movimientos circulares por lo menos durante 1 min hasta que la lectura del termómetro se estabilice. Si la temperatura de la muestra difiere en más de  $\pm 5$  °C de la del ambiente, repetir el muestreo.

### **8. Fase Post- analítica**

- A) Resguardo de la muestra

Guardar la muestra en refrigeración durante 15 días contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

- B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

- C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

### **9. Cálculos**

Calcular el promedio de las tres lecturas. Los resultados obtenidos se expresan redondeando al entero y en grados Celsius (°C). Expresar los resultados en grados Celsius (°C).

#### **9.1. Repetibilidad**

La NOM- 001- SEMARNAT-1996, La NOM- 002- SEMARNAT-1996 y la NOM- 003- SEMARNAT-1997 estipulan la interpretación de resultados con los límites máximos permisibles para contaminantes



## 9.2. Interferencias

Precauciones y recomendaciones relativas al uso de los termómetros de líquido en vidrio.

Error de paralaje: El error de paralaje puede eliminarse si se tiene cuidado en que la escala graduada del termómetro pueda observarse por reflexión sobre la columna del líquido dentro del capilar. Para ello, el observador ajusta el nivel de su ojo sobre una línea de lectura, de forma que la graduación más cercana del menisco se superponga exactamente a su propia imagen reflejada por el líquido. Si se desea efectuar lecturas muy precisas, también debe tomarse en cuenta que las líneas de la escala graduada tienen un cierto espesor y lo más apropiado es considerar la posición de las líneas definidas por su parte central. El uso de lupas especiales para termómetros disponibles comercialmente, puede facilitar la lectura de la temperatura sobre la escala graduada.

Durante el transporte de los termómetros, puede ocurrir una ruptura de la columna del líquido en el capilar o aún el paso del gas de relleno hacia el bulbo. Este tipo de problema debe detectarse y eliminarse antes de utilizar el termómetro. Para ello se verifica por inspección visual que no existen burbujas de gas encerradas en el bulbo y que no se detectan rupturas de la columna de líquido en el vástago del termómetro o gotas del líquido adheridas en la parte superior del capilar. Verificar también que el bulbo se encuentra en perfecto estado. Si se detecta alguno de los problemas antes mencionados, frecuentemente se puede remediar siguiendo las indicaciones del fabricante.

Cuando no se utilizan, los termómetros se conservan en un estuche apropiado en posición vertical y en lugares no sometidos a vibraciones o sacudidas como en los cajones que se abren y cierran con frecuencia.

Existe a menudo cierta adherencia del mercurio sobre el vidrio que puede falsear la lectura de temperatura cuando el equilibrio se alcanza con una "columna descendente". Este problema es más notorio cuando el diámetro del capilar es menor que 0.1 mm. Para evitar este problema, antes de efectuar la lectura, se recomienda dar un golpe ligero con la uña del dedo sobre el vástago del termómetro, cerca de la posición de lectura. Otra forma de evitar este problema consiste en alcanzar el equilibrio de temperatura con un termómetro colocado a una temperatura inicial inferior a la del cuerpo de agua por medir (columna ascendente).

Si se observa adherencia de mercurio dentro del capilar, que forme una capa o que queden gotitas de mercurio que no puedan eliminarse por el procedimiento indicado en el inciso anterior, ello es indicativo de una oxidación del mercurio y el termómetro debe descartarse.

Cuando se efectúan lecturas de temperatura en medios transparentes bajo iluminación obtenida con un foco de tungsteno, el calor irradiado puede causar errores en el valor de la temperatura medida y también puede invalidar cualquier corrección de lectura de temperatura por efecto de columna emergente. Las lecturas de temperatura deben efectuarse después de que el termómetro esté en equilibrio de temperatura con el medio. En general, se puede considerar que, con termómetros de mercurio en vidrio, un tiempo de 1-2 min después de sumergir el termómetro es generalmente suficiente para efectuar lecturas en condiciones de equilibrio de temperatura.

En aguas subterráneas y de pozos a profundidades mayores a 200 metros, puede ocurrir una variación en la medición, debido a la diferencia de temperaturas entre el medio y el artefacto muestreador, asegurar que el artefacto muestreador se equilibre con la temperatura del agua a muestrear.

## 10. Referencias

NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 1.

NMX-AA-089/2-1992 Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 2.

NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

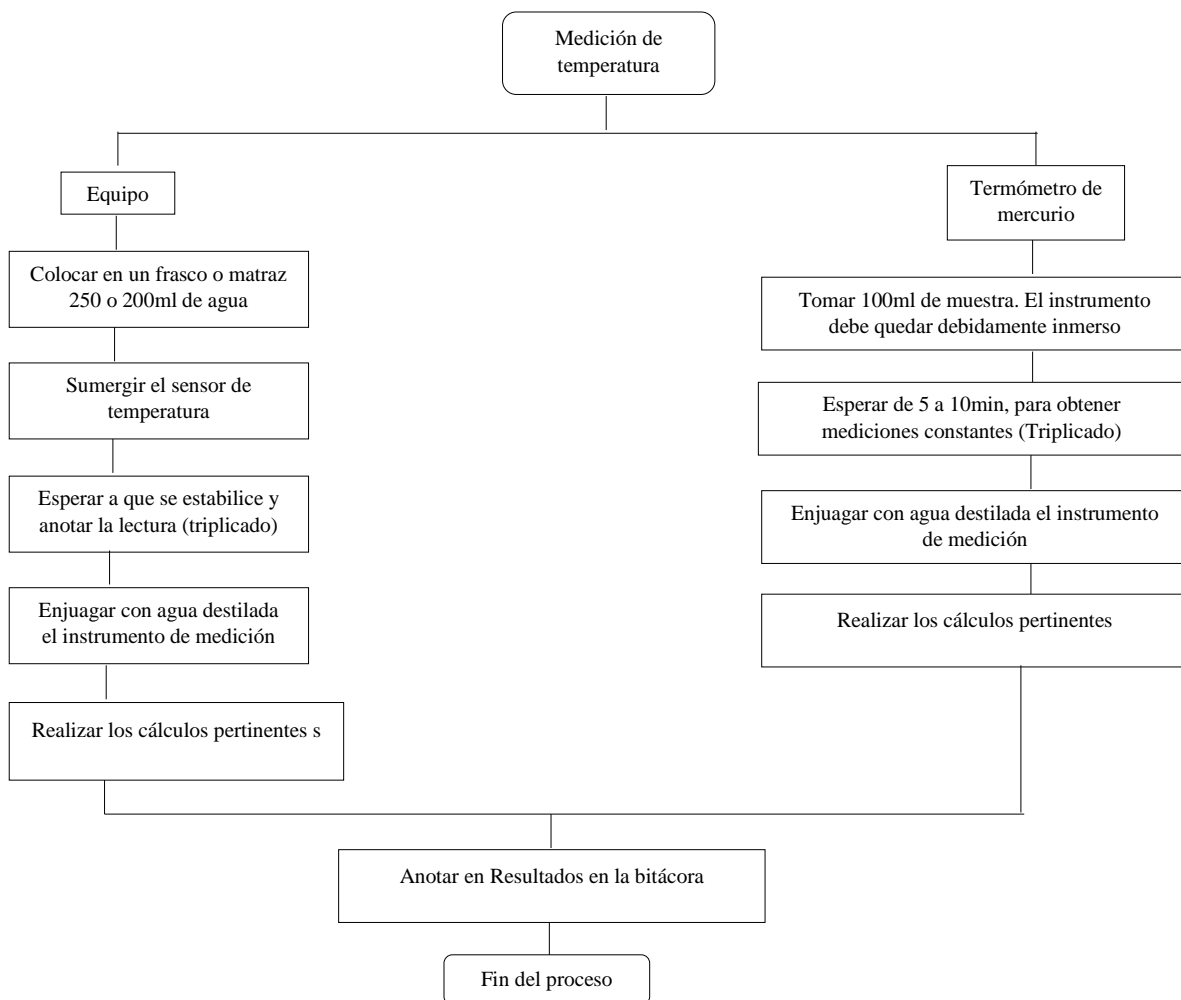
NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980. Aguas residuales. - Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores. - Muestreo.

## 11. Apéndice

**Figura 7.1** Determinación de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas



*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

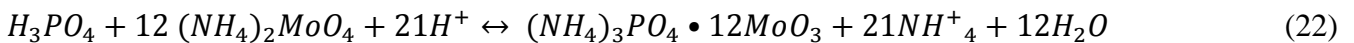
## Capítulo III. Métodos de prueba espectrofotométricos

### Práctica 8 Determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

#### 1. Introducción

El fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente en forma de fosfatos, fosfatos condensados o polifosfatos y fósforo orgánico. Aparecen disueltos, en partículas o detritus y en los cuerpos de los organismos Acuáticos. Se considera que el fósforo es el principal elemento limitante del crecimiento de las plantas en las aguas dulces de las zonas templadas. De ahí, el principal indicador del grado de eutrofización de un agua; a mayor concentración de fósforo, mayor eutrofia. El fósforo total incluye compuestos diversos como, ortofosfatos, polifosfatos y fósforo orgánico.

Este método se basa en la reacción del fósforo contenido en la muestra como ortofosfato con el ácido molíbdico para formar el ácido 12-molibdofosfórico según la reacción (Ecuación 22):



El ácido 12-molibdofosfórico es reducido por el cloruro de estaño a azul de molibdeno, compuesto de composición desconocida que contiene una mezcla de Mo (VI) y Mo (V), que absorbe a 690 nm. La intensidad del color azul formado depende de la concentración de fosfatos adicionados al heteropoliácido. El método es aplicable cuando el contenido de fósforo en las muestras se encuentra entre las concentraciones de 0.01 mg P/L a 6.0 mg P/L.

El análisis del fósforo total incluye dos pasos principales en los métodos:

- Conversión de las formas fosfatadas (polifosfatos y fosfatos orgánicos) en ortofosfatos disueltos (hidrólisis ácida y digestión oxidante).
- Determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto como tal y/o procedente de las formas fosfatadas.

Todo el fósforo contenido en la muestra debe estar como ión ortofosfato ( $PO_4$ )<sup>3-</sup>, ya que el método espectrofotométrico es esencialmente específico para este ión ortofosfato ( $PO_4$ )<sup>3-</sup>. La materia orgánica de la muestra es destruida por medio de una digestión con persulfato de amonio y ácido sulfúrico, rompiendo las ligaduras orgánicas del fósforo (C-P y/o C-O-P), e hidrolizando los polifosfatos a ortofosfatos

#### 2. Objetivo

Establecer la metodología para la determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

##### 2.1 Descripción de la actividad

Determinar el contenido de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

#### 3. Referencia normativa

NMX-AA-029-SCFI-2001. Determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

#### 4. Términos y definiciones

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

**Aguas residuales:** Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

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

**Bitácora:** Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se lleva a cabo.

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

**Blanco analítico o de reactivos:** Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

**Calibración:** Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

**Descarga:** Resultado de la acción de verter, infiltrar, depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la nación

**Disolución estándar:** Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

**Disolución madre:** Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

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

**Límite de cuantificación del método (LCM):** Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

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

**Material de referencia:** Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

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

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

**Mensurando:** Magnitud particular sujeta a medición.

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

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

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

**Patrón (de medición):** Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

**Patrón de referencia:** Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

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

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

**Patrón primario:** Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

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

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- Placa de calentamiento: Una superficie de 30 cm X 50 cm es adecuado.
- Autoclave
- Espectrofotómetro
- Probeta de 100 mL.
- Pipeta volumétrica de 5 mL y pipeta pasteur
- Matraz Erlenmeyer de 250 y 500 mL.
- Celda de 1 cm de paso óptico de luz

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1. Reactivos

- Disolución de ácido fuerte
- Fenolftaleína
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ )

Nota: Todos los reactivos que se emplean en la determinación deben ser grado analítico.

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

Tomar un mínimo de 500 mL de muestra en envases de plástico. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples. Si la muestra solamente es analizada para determinar la forma de fósforo disuelto, filtrar la muestra inmediatamente después de la colecta a través de un papel filtro de poro fino. Conservar en refrigeración a 4°C. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

### B) Preparación de las disoluciones de trabajo

- Disolución de ácido fuerte: Cuidadosamente adicionar 300 mL de ácido sulfúrico concentrado a aproximadamente 600 mL de agua. Dejar enfriar y agregar 4 mL de ácido nítrico concentrado y aforar a 1L con agua.
- Disolución de cloruro estañoso: Pesar aproximadamente y con precisión 2.5 g de cloruro estañoso dihidratado y disolver en 100 mL de glicerol. Calentar en baño de agua y agitar con una varilla de vidrio. El reactivo es estable y no requiere de la adición de conservadores o almacenamiento especial.
- Disolución de heptamolibdato de amonio tetrahidratado: Disolver 25 g de heptamolibdato de amonio tetrahidratado en 75 mL de agua. Con mucho cuidado agregar 280 mL de ácido sulfúrico a 400 mL de agua, enfriar y adicionar al heptamolibdato de amonio tetrahidratado y diluir a 1 L.
- Disolución de hidróxido de sodio (1N): Pesar aproximadamente y con precisión 40 g de hidróxido de sodio y diluir con 500 mL de agua, agitar y dejar enfriar, agregar más agua y en cada ocasión agitar y dejar enfriar hasta que el volumen final sea de 1 L.

### C) Valoración de las disoluciones de trabajo No aplica

### D) Preparación de disolución control

- Preparación del Blanco: Usar agua destilada en lugar de muestra y llevar acabo los pasos descritos anteriormente para obtener la absorbancia del blanco de reactivos.
- Disolución madre de fosfato para curva de calibración: Pesar aproximadamente y con precisión 219.5 mg de fosfato monobásico de potasio anhidro previamente secado a 105°C durante dos horas, aforar con agua a 1 L; 1.0 mL = 50.0 µg de P como  $(\text{PO}_4)^{-3}$
- Disolución intermedia de fosfato concentración 10 mg/L: para curva de calibración
- Tomar 10 mL de la disolución madre de fosfato y aforar a 100 mL
- Disolución intermedia de fosfato concentración de 1 mg/L: para curva de calibración
- Tomar 10 mL de la disolución intermedia de fosfato con concentración 10 mg/L y aforar a 100 mL

### E) Calibración de equipos

Curva de calibración para un intervalo de trabajo de 0.3 mg/L a 2.0 mg/L. Preparar las disoluciones estándar con un mínimo de 4 puntos en un intervalo entre 0.3 mg P/L a 2.0 mg P/L en matraces volumétricos de 100 mL y desarrollar el color.

## 6. Fase analítica

### A) Acondicionamiento de la muestra

La presencia de turbidez y color en la muestra debe corregirse elaborando un blanco. Si la turbidez es muy alta y es necesario filtrar la muestra, ésta debe hacerse sólo después de la digestión.

### B) Pretratamiento de la muestra

Para la determinación de fósforo total, a los blancos, estándares y muestras se les debe realizar una hidrólisis ácida preliminar así:

1. Transfiera al Erlenmeyer de 200 o 250 mL, 50 mL o la porción adecuada de la muestra bien mezclada. Adicionar una gota de fenolftaleína, si aparece un color rojo, adicionar gota a gota ácido sulfúrico concentrado hasta que desaparezca el color. Posteriormente adicionar 1 mL de disolución de ácido fuerte y 0.4 g de persulfato de amonio o 0.5 g persulfato de potasio.
2. Coloque las muestras sobre las planchas y caliente hasta que rompa la ebullición y mantenerla sobre la placa de calentamiento, por 30 min o 40 min o hasta que el volumen final alcanzado sea de 10 mL. Los compuestos organofosforados pueden requerir de 1.5 h a 2 h para su digestión completa.
3. Deje enfriar, diluir a 30 mL con agua, adicionar una gota de fenolftaleína, y neutralizar hasta desvanecer a un color rosa pálido con la disolución de hidróxido de sodio. Alternativamente, calentar por 30 min en un autoclave u olla de presión de 98 kPa a 137 kPa. Enfriar, añadir una gota de fenolftaleína y neutralizar hasta desvanecer a un color rosa pálido con la disolución de hidróxido de sodio.
4. Aforar a 100 mL con agua destilada. En algunas muestras puede formarse un precipitado en esta fase, pero no se debe filtrar. Mezclar bien para cualquier subdivisión de la muestra. El precipitado (posiblemente de fosfato de calcio) se redissuelve bajo condiciones ácidas de la prueba colorimétrica para determinar fósforo.
5. Cuando en una muestra observe una buena digestión, pero ésta presenta algo de color o turbidez realice corrección de turbidez, en el momento de la lectura en el espectrofotómetro.

### C) Determinación de fósforo total

1. Realizar la construcción de la curva de calibración como se indica en el Anexo Tabla 5.1 y leer a 690 nm.
2. Ajustar el pH de la muestra. A 100 mL de muestra que contenga no más de 200 µg P y libre de color y turbidez adicionar 1 gota de fenolftaleína. Si la disolución tiene un color rosado, adicionar unas cuantas gotas de disolución de ácido fuerte para neutralizar.
3. Adicionar 4.0 mL de disolución de heptamolibdato de amonio tetrahidratado, agitando fuertemente después 0.5 mL (10 gotas) de disolución de cloruro estañoso leer en un margen máximo de 12 min, sin exceder, utilizar el mismo intervalo de tiempo para todas las mediciones, medir la intensidad de color espectrofotométricamente a 690 nm y comparar contra la curva de calibración, utilizar como blanco agua.
4. Tenga en cuenta que en la pantalla se puede observar la absorbancia registrada para cada muestra, verifique que la muestra que está leyendo, no sobrepase el rango de absorbancia obtenida en la curva de calibración, para el estándar de más alta concentración (1,00 mg/L). En caso que se sobrepase el valor de absorbancia aceptado, realice diluciones de la muestra así: Absorbancias hasta 1,2000 diluir 5 veces; por encima de 1,2000 hasta 1,5000 diluir 10 veces; por encima de 1,5000 diluir 20 veces.

5. Enjuague con mayor esmero la celda después de pasar las muestras que se hallan por encima de la curva de trabajo. Registre los resultados con 2 cifras significativas.

Nota: Es necesario tener un blanco de agua y un blanco de reactivos. Debido a que el color se desarrolla primero de manera progresiva y posteriormente se desvanece, mantener siempre condiciones iguales de tiempos de desarrollo de color y medición para muestras y estándares. Preparar al menos un estándar por cada lote de muestras o una cada día que se realiza la prueba. La curva de calibración es lineal en un intervalo de concentraciones de 0.3 mg/L a 2.0 mg/L.

## 8. Fase Post- analítica

- A) Resguardo de la muestra

Guardar la muestra en refrigeración durante 15 días contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

- B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

- C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

Se debe calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación obtenida de la curva de calibración y que es representada por la siguiente ecuación (Ecuación 23):

$$Y = mX + b \quad (23)$$

Donde:

M; es la pendiente; b es la ordenada al origen;

Y: es la absorbancia,

X: es la concentración (mg P/L) (miligramos de fósforo inorgánico por litro)

Reportar los resultados en mg P/L (miligramos de fósforo inorgánico por litro) con dos décimas, con la precisión correspondiente; la NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 y la NOM-003-SEMARNAT-1997 estipulan la interpretación de resultados con los límites máximos permisibles para contaminantes.

### 9.1. Repetibilidad

El color natural del agua no suele interferir a la elevada longitud de onda empleada. Con aguas turbias o muy coloreadas, preparar un blanco sin adición de reactivo combinado y restar su absorbancia a la de la muestra. Diversas sustancias como arsenatos, cromo VI y nitritos, pueden causar interferencias, aunque las concentraciones necesarias para que esto ocurra, habitualmente no son encontradas. La limpieza de los recipientes de vidrio es muy importante. No deben utilizarse detergentes comerciales que contengan fosfatos.

Arseniato, fluoruro, torio, bismuto, sulfuro, tiosulfato, tiocianato o excesos de molibdato interfieren. El hierro en su forma ferrosa produce un color azul, pero no afecta a los resultados, si su concentración es menor a 100 mg/L.



## 9.2. Interferencias

La interferencia de sulfuro puede eliminarse por oxidación con agua de bromo. Los siguientes iones no interfieren en concentraciones superiores a 1 g/L:  $Al^{+3}$ ,  $Fe^{+3}$ ,  $Mg^{+2}$ ,  $Ca^{+2}$ ,  $Ba^{+2}$ ,  $Sr^{+2}$ ,  $Li^{+}$ ,  $Na^{+}$ ,  $K^{+}$ ,  $NH_4^{+}$ ,  $Cd^{+2}$ ,  $Mn^{+2}$ ,  $Pb^{+2}$ ,  $Hg^{+2}$ ,  $Sn^{+2}$ ,  $Cu^{+2}$ ,  $Ni^{+2}$ ,  $Ag^{+}$ ,  $U^{+4}$ ,  $Zr^{+4}$ ,  $AsO_3^{-}$ ,  $Br^{-}$ ,  $CO_3^{-2}$ ,  $ClO_4^{-}$ ,  $CN^{-}$ ,  $IO_3^{-}$ ,  $SiO_4^{-4}$ ,  $NO_3^{-}$ ,  $NO_2^{-}$ ,  $SO_4^{-2}$ ,  $SO_3^{-2}$ , pirofosfato, molibdato, tetraborato, selenato, benzoato, citrato, oxalato, lactato, tartrato, formiato y salicilato.

## 10. Referencias

### 11.

NMX-AA-003-1980 Aguas residuales - Muestreo.

NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores - Muestreo.

NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1.

PROY-NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

PROY-NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

## 11. Anexos

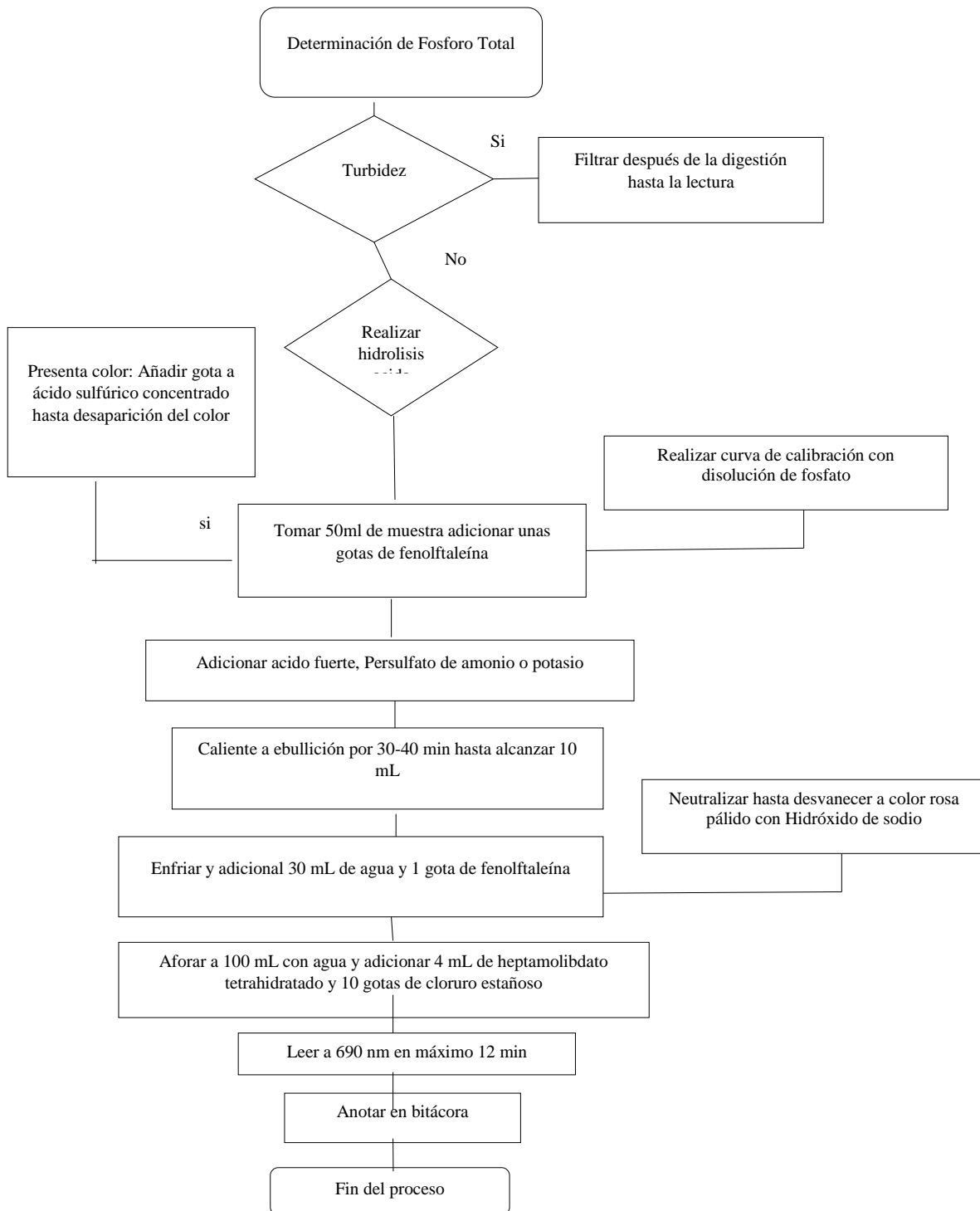
**Tabla 8.1** Construcción de curva de calibración para la prueba de determinación de fósforo total

Solución madre	mL de Solución madre	Concentración (mg/L)	Volumen (mL)
10 mg/L	30	3	100
	20	2	100
	10	1	100
	10	0.5	200
1 mg/L	10	0.10	100
	10	0.05	200
Agua	0	BLANCO	100

Fuente de Consulta: Elaboración Propia

## 12. Apéndice

**Figura 8.1** Diagrama para la determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas



*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

## Capítulo IV. Métodos de prueba por valoración o titulación

### Práctica 9 Determinación de nitrógeno total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

#### 1. Introducción

Los compuestos nitrogenados se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza. Las fuentes de nitrógeno incluyen además de la degradación natural de la materia orgánica, fertilizantes, productos de limpieza y tratamiento de aguas potables. Debido a que el nitrógeno es un nutriente esencial para organismos fotosintéticos, es importante el monitoreo y control de descargas de este al ambiente.

Una concentración alta de Nitrógeno orgánico es característica de una contaminación fresca o reciente, y por consiguiente de gran peligro potencial. Todo el Nitrógeno presente en compuestos orgánicos puede considerarse Nitrógeno orgánico. El contenido de Nitrógeno orgánico en un agua incluye el Nitrógeno de aminoácidos, aminas, polipéptidos, proteínas y otros compuestos orgánicos del Nitrógeno. El Nitrógeno amino de la mayoría de materiales orgánicos y el amoniaco libre son convertidos a amonio en presencia de  $H_2SO_4$ , sulfato de potasio ( $K_2SO_4$ ), y sulfato de Cobre II ( $CuSO_4$ ) como catalizador. Analíticamente el nitrógeno orgánico y el amoniacal pueden ser determinados por el método Kjeldahl, el cual se aplica para la determinación del contenido de nitrógeno en sustancias orgánicas e inorgánicas; aunque la técnica y los equipos han sufrido numerosos cambios desde que fue publicado por primera vez, los principios básicos introducidos por Johan Kjeldahl perduran hasta hoy.

El método Kjeldahl puede ser dividido en tres procesos básicos:

#### Digestión

La descomposición del nitrógeno orgánico en la muestra se logra empleando una solución ácida. El resultado final es una disolución de sulfato de amonio (Ecuación 24).



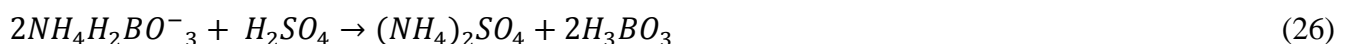
#### Destilación

Es la adición de un exceso de álcali a la mezcla ácida de digestión para convertir el  $NH_4$  en  $NH_3$ , seguido por la ebullición y condensación del  $NH_3$  gas el cual es recibido en una disolución de concentración conocida de ácido bórico (Ecuación 25).



Cuantificación: La cantidad de nitrógeno en la muestra puede ser calculada de la cantidad cuantificada de iones amoniaco (amonio) en la disolución de concentración conocida de ácido bórico (Ecuación 26).

#### Titulación



El método Kjeldahl cuantifica el nitrógeno en su estado de valencia trinegativo; excepto cuando se trata de los grupos funcionales: azida, azina, azo, hidrazina, nitrato, nitrito, nitrilo, nitro, nitroso, oxima y semi-carbazona.

#### 2. Objetivo

Establecer el método de prueba para la medición de nitrógeno total Kjeldahl en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

## 2.1. Descripción de la actividad

Determinar la cantidad de nitrógeno en las aguas naturales, residuales o residuales tratadas

## 3. Referencia normativa

NMX-AA-026-SCFI-2010 Análisis de agua- Medición de nitrógeno total Kjeldahl en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

## 4. Términos y definiciones

**Nitrógeno total Kjeldahl:** Es definido como la suma del nitrógeno amoniacal y nitrógeno orgánico los cuales son convertidos a sulfato de amonio  $[(NH_4)_2SO_4]$ , bajo las condiciones de digestión descritas en este método.

**Nitrógeno orgánico Kjeldahl:** Es definido como la diferencia obtenida por la sustracción de la concentración de masa de nitrógeno amoniacal de la concentración de masa del nitrógeno total Kjeldahl. El nitrógeno orgánico Kjeldahl puede ser determinado directamente por remoción del nitrógeno amoniacal antes de la digestión.

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Aparato digestor: sistema de digestión tipo Kjeldahl con matraces de 800 mL acoplado a un sistema de succión para remover los vapores de trióxido de azufre ( $SO_3$ ) y agua.
- Aparato destilador: El matraz tipo Kjeldahl es conectado a un condensador y un adaptador a través del cual se puede coleccionar el destilado
- Balanza analítica con precisión de 0.1 mg
- Balanza granataria con precisión de 0.1 g
- Matraz tipo Kjeldahl de 800 mL
- Bureta

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

Puede usarse el equipo micro-Kjeldahl adecuando el volumen de muestra y reactivos empleados; empleando matraces de 100 mL. Todo el material usado en esta medición debe ser exclusivo para este procedimiento. Los detergentes con base de hidróxido de amonio o amoniaco no deben usarse para la limpieza del material. Si se considera necesario (residuos adheridos al matraz, manchas, etc.) remojar durante 1 h en una disolución de ácido sulfúrico al 10 % y enjuagar con agua. El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1. Reactivos

- Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características, conductividad,  $\mu S/cm$  a 25 °C: 5.0 máx., y pH: 5,0 a 8,0 unidades de pH.
- Tetraborato de sodio decahidratado ( $Na_2B_4O_7 + 10H_2O$ )
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ )
- Ácido bórico ( $H_3BO_3$ )
- Indicador de rojo de metilo ( $C_{15}H_{15}N_3O_2$ )
- Indicador de azul de metileno ( $C_{16}H_{18}N_3SCl$ )
- Alcohol etílico ( $CH_3CH_2OH$ ) ó Alcohol isopropílico [ $CH_3CH(OH)CH_3$ ]
- Sulfato de cobre (II) anhídrido ( $CuSO_4$ )
- Sulfato de potasio ( $K_2SO_4$ ) -Tiosulfato de sodio pentahidratado ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ )
- Carbonato de sodio anhídrido ( $Na_2CO_3$ ), material de referencia
- Cloruro de amonio ( $NH_4Cl$ )
- Ácido sulfámico ( $H_2NSO_3H$ )

- Naranja de metilo, sal sódica ( $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ )

Nota: Todos los reactivos que se emplean en la determinación deben ser grado analítico.

Se puede sustituir el ácido sulfámico por otra sal orgánica que contenga nitrógeno.

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

1. Deben tomarse un mínimo de 2.0 L de muestra para el método macro Kjeldahl. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.
2. Debe preservarse la muestra con ácido sulfúrico (1:1) a un pH de 1.0 a 2.0. Posteriormente mantener a  $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta su análisis
3. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 30 días, en condiciones de obscuridad

### B) Preparación de las disoluciones de trabajo

- Disolución indicadora de ácido bórico: Pesar aproximadamente  $20.0\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$  de ácido bórico disolver en 500 mL agua, agregar 10 mL de la mezcla de indicadores y diluir a 1 L. Guardar la disolución en un envase de plástico o en un contenedor libre de boro, preparar mensualmente.
- Disolución de tetraborato de sodio (0.025 mol/L): Pesar aproximadamente  $9.50\text{ g} \pm 0.2\text{ g}$  de tetraborato de sodio decahidratado en 50 mL de agua y diluir a 1 L con agua.
- Disolución amortiguadora de boratos: Añada 88 mL de la disolución de NaOH 0.1 mol/L a 500 mL de disolución de tetraborato de sodio 0,025 mol/L y diluir a 1 L con agua
- Disolución de hidróxido de sodio ( $\approx 0.1\text{ mol/L}$ ): Pesar aproximadamente  $4.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$  de hidróxido de sodio y disolver en 500 mL de agua, dejar enfriar hasta temperatura ambiente y llevar a 1 L.
- Disolución de ácido sulfúrico ( $\approx 0.03\text{ mol/L}$ ): Preparar una disolución de ácido sulfúrico diluyendo 3 mL en 1 L de agua.
- Disolución valorada de ácido sulfúrico ( $\approx 0.006\text{ mol/L}$ ): Diluir 200 mL de la disolución de ácido sulfúrico 0.03 mol/L en 1 L de agua. Titular la disolución de ácido sulfúrico obtenida con una disolución de 30 mL de agua libre de dióxido de carbono y  $0.0318\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$  de carbonato de sodio anhidro, previamente secado por 1 h a  $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , y 2 gotas del indicador anaranjado de metilo; titular esta disolución con el ácido sulfúrico hasta que el indicador vire de amarillo a canela. Calcular la concentración de masa exacta de la disolución (1 mL = 0.28 mg de N-amoniaco u orgánico).
- Mezcla de indicadores: Pesar aproximadamente  $200.0\text{ mg} \pm 5\text{ mg}$  de indicador rojo de metilo diluir a 100 mL con alcohol. Pesar aproximadamente  $100.0\text{ mg} \pm 5\text{ mg}$  de indicador azul de metileno y diluir a 50 mL con alcohol. Mezclar las dos disoluciones en un frasco de vidrio. Preparar mensualmente.
- Reactivo para la digestión: Pesar aproximadamente  $134.0\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$  de sulfato de potasio y  $7.3\text{ g} \pm 0.2\text{ g}$  de sulfato de cobre (II) anhidro disolver en 800 mL de agua destilada, agregar cuidadosamente 134 mL de ácido sulfúrico concentrado. Dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir la mezcla a 1 L con agua. Almacenar la disolución a una temperatura de  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  para evitar la cristalización.
- Disolución reactiva de hidróxido-tiosulfato de sodio: Pesar aproximadamente  $500.0\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$  de hidróxido de sodio y  $25.0\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$  de tiosulfato de sodio pentahidratado disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.

- Disolución de hidróxido de sodio ( $\approx 6$  mol/L): Pesar aproximadamente  $240.0 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$  de hidróxido de sodio disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.
- Disolución de nitrógeno amoniacal ( $0.07$  mol/L N-  $\text{NH}_3$ ): Pesar aproximadamente  $3.819 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$  de cloruro de amonio disolver y diluir a 1 L con agua.
- Disolución de nitrógeno orgánico ( $0.07$  mol/L N-Org): Pesar aproximadamente  $6.93 \text{ g} \pm 0.2 \text{ g}$  de ácido sulfámico disolver y diluir a 1 L con agua.
- Disolución de hidróxido de sodio para neutralización ( $\approx 12.5$  mol/L): Pesar aproximadamente  $500.0 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$  de hidróxido de sodio, disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.
- Disolución de ácido sulfúrico para neutralización ( $\approx 5$  mol/L): Tomar  $500.0 \text{ mL}$  de ácido sulfúrico concentrado, disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.
- Disolución de anaranjado de metilo: Pesar  $0.05 \text{ g} \pm 0.005 \text{ g}$  del reactivo anaranjado de metilo y diluir a  $100 \text{ mL}$  con agua.
- Solución estándar de amonio: Disolver en agua  $3.819 \text{ g}$  de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  anhidro, secado a  $100^\circ\text{C}$ , a peso constante y diluir a  $1000 \text{ mL}$ ;  $1.00 \text{ mL} = 1.00 \text{ mg N} = 1.22 \text{ mg NH}_3$ .
- Soluciones patrón de amonio. A partir de la solución estándar de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  prepare los estándares de  $100$ ,  $10.0$  y  $1.0 \text{ mg/L}$ .

C) Valoración de las disoluciones de trabajo  
No aplica

D) Preparación de disolución control

Llevar un blanco durante todos los pasos del método, empleando para ello  $500 \text{ mL}$  de agua destilada en lugar de la muestra. El volumen gastado en la titulación del blanco, registrarlo como volumen.

E) Calibración de equipos

Limpiar el equipo de destilación antes de utilizarlo, destilando una mezcla (1:1) agua + disolución hidróxido-tiosulfato de sodio hasta que el destilado esté libre de amonio. Esta operación debe realizarse cada vez que el aparato este fuera de servicio.

## 7. Fase analítica

A) Acondicionamiento de la muestra

1. Nitrógeno amoniacal: Determinar el volumen de la muestra de acuerdo a la Anexo 1. Tabla 1, si es necesario, ajustar el volumen a aproximadamente  $500 \text{ mL}$  y neutralizar a pH 7, con hidróxido de sodio  $12,5 \text{ mol/L}$  o ácido sulfúrico  $5 \text{ mol/L}$ . Colocar la muestra medida en un matraz Kjeldahl de  $800 \text{ mL}$ .
2. Añadir  $25 \text{ mL}$  de la disolución amortiguadora de boratos y ajustar el pH a  $9,5$  con disolución de hidróxido de sodio  $6 \text{ mol/L}$  utilizando potenciómetro o papel indicador para verificar. Transferir la disolución a un matraz Kjeldahl y añadir unas cuentas de vidrio o perlas de ebullición.
3. Nitrógeno orgánico: Enfriar el residuo contenido en el matraz Kjeldahl

- B) Pretratamiento de la muestra  
No aplica
- C) Determinación de nitrógeno

### Estándares de calibración y control

Preparar Estándares de 1.0 mg N/L, 5.0 mg, 10.0 mg N/L, 50 mg N/L, 100 mg N/L con agua ultrapura en el tubo de digestión y correr en forma paralela a la muestra (por duplicado) y al blanco.

La diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis

- Nitrógeno amoniacal
  1. Conectar el matraz Kjeldahl al condensador, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29 °C)
  2. Recolectar el condensado en un recipiente que contenga 50 mL de la disolución indicadora de ácido bórico, sumergiendo la punta del condensador o una extensión del mismo por debajo de la superficie del líquido.
  3. La destilación se completa cuando se hayan recolectado 300 mL de destilado aproximadamente, incluyendo los 50 mL de la disolución indicadora de ácido bórico
  4. Retirar el matraz colector y titular con disolución de ácido sulfúrico 0.006 mol/L hasta el vire del indicador de verde esmeralda a morado. Registrar el volumen gastado de ácido como volumen A.
- Nitrógeno orgánico
  1. Digestión: Adicionar cuidadosamente 50 mL de reactivo para la digestión al matraz de Kjeldahl y mezclar perfectamente. Añadir unas cuentas de vidrio o piedras de ebullición. Mezclar y conectar al equipo Kjeldahl; permitir la ebullición de la muestra hasta que el volumen de la disolución se reduzca aproximadamente a un volumen de 25 mL a 50 mL y se observe gran desprendimiento de vapores blancos (estos vapores pueden oscurecerse cuando la muestra presenta grandes cantidades de materia orgánica).
  2. Continuar la digestión durante 30 mín. más. En este período, la disolución cambia de turbia hasta ser transparente e incolora o con una ligera coloración amarillo pálido. Durante la digestión el matraz Kjeldahl debe permanecer inclinado. Enfriar el matraz y su contenido, diluir a 300 mL con agua y mezclar.
  3. Cuidadosamente añadir 50 mL de la disolución de hidróxidotiosulfato de sodio, para formar una capa alcalina en el fondo del matraz. Mezclar vigorosamente y verificar, con tirillas reactivas que el pH de la disolución sea mayor a 11.0 unidades de pH.
  4. Conectar el matraz Kjeldahl al condensador, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29 °C)
  5. Recolectar el condensado en un recipiente que contenga 50 mL de la disolución indicadora de ácido bórico, sumergiendo la punta del condensador o una extensión del mismo por debajo de la superficie del líquido.
  6. Retirar el matraz colector y titular con disolución de ácido sulfúrico 0.006 mol/L hasta que la disolución vire de color verde esmeralda a morado. Registrar el volumen gastado de ácido como volumen C.

## 8. Fase Post- analítica

### A) Resguardo de la muestra

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 30 días. contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

### B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infecciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

### C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

## 9. Cálculos

Calcular la concentración de masa de nitrógeno amoniacal, en mg/L en la muestra cómo se indica a continuación (Ecuación 27):

$$Y_{(N-NH_3)} = (V_A - V_B) * c(H_2SO_4) * A_r(N)/V_m \quad (27)$$

Donde:

$Y_{(N-NH_3)}$ : es la concentración de masa de nitrógeno amoniacal;  
 $V_A$ : son los mL de ácido sulfúrico gastados en la titulación de la muestra;  
 $V_B$ : son los mL de ácido sulfúrico gastados en el blanco;  
 $c(H_2SO_4)$ : es la concentración del ácido sulfúrico en mol/L;  
 $V_m$ : son los mL de muestra, y  
 $A_r(N)$ : masa atómica del nitrógeno

Calcular la concentración de masa de nitrógeno orgánico, en mg/L en la muestra como se indica a continuación (Ecuación 28):

$$Y_{(NOrg)} = (V_C - V_B) * c(H_2SO_4) * A_r(N)/V_m \quad (28)$$

Donde:

$Y_{(NOrg)}$   
 $V_C$ : son los mL de ácido sulfúrico gastados en la titulación de la muestra;  
 $V_B$ : son los mL de ácido sulfúrico gastados en el blanco;  
 $c(H_2SO_4)$ : es la concentración del ácido sulfúrico en mol/L;  
 $V_m$ : son los mL de muestra, y  
 $A_r(N)$ : masa atómica del nitrógeno

Calcular la concentración de masa de nitrógeno total Kjeldahl, en mg/L en la muestra como se indica a continuación (Ecuación 29):

$$Y_{NKT} = Y_{(N-NH_3)} + Y_{(NOrg)} \quad (29)$$

Donde:

$Y_{NKT}$ : es la concentración de masa de nitrógeno total Kjeldahl;  
 $Y_{(N-NH_3)}$ : es la concentración de masa de nitrógeno amoniacal, y  
 $Y_{(NOrg)}$ : es la concentración de masa de nitrógeno orgánico.

Expresar los resultados en mg/L.



## 9.1. Repetibilidad

Es favorecido en muestras que contienen altas concentraciones de nitrógeno orgánico y preferiblemente optar por muestras que presenten una concentración de masa de nitrógeno amoniacal en el rango de 0.2 mg N- NH<sub>3</sub>/L a 2 mg N- NH<sub>3</sub>/L.

## 9.2. Interferencias

Nitratos: Durante la digestión, el nitrato en concentraciones por arriba de 10 mg/L puede oxidar parte del amoníaco liberado produciendo  $NO_2$  y dando lugar a una interferencia negativa. Cuando se encuentre presente materia orgánica reductora, el nitrato puede reducirse a amoníaco, resultando una interferencia positiva. La reacción entre el nitrato y el amoníaco puede prevenirse con el uso de una resina de intercambio iónico (en forma de cloruros) para remover el nitrato.

Si la muestra contiene una gran cantidad de sales o materia inorgánica que se disuelvan durante la digestión, la temperatura podría alcanzar los 400 °C; esta temperatura es el punto pirolítico menor del nitrógeno. Para prevenir que se presenten estas altas temperaturas, añadir más ácido sulfúrico para mantener el balance sal-ácido. No todas las sales incrementan la temperatura hasta 400 °C, por lo cual la adición a la muestra de 1 mL de  $H_2SO_4$  / g de sal proporciona resultados aceptables. La adición de ácido debe hacerse por igual a la muestra, blanco y estándares. Tener cuidado con la cantidad de ácido adicionado ya que un exceso disminuye la temperatura de destilación por debajo de 380 °C, lo cual resulta en una digestión y recuperación incompleta.

Grandes cantidades de sales o sólidos pueden causar golpeteo durante la destilación. Si esto ocurre añadir más agua de dilución después de la digestión.

Materia orgánica: Durante la digestión, el  $H_2SO_4$  oxida la materia orgánica a  $CO_2$  y  $H_2O$ . Si estuviera presente una gran cantidad de materia orgánica, se consume mucho ácido; para prevenir esto aumentar la proporción de sal-ácido y la temperatura de digestión. Si está presente una gran cantidad de materia orgánica, resulta en pérdida pirolítica del nitrógeno. Para prevenir esta situación añadir al matraz de digestión 10 mL de  $H_2SO_4$  concentrado por cada 3 g de DQO. Alternativamente, añadir 50 mL más de reactivo de digestión por cada gramo de DQO. La adición de más ácido puede ocasionar la necesidad de añadir más reactivo hidróxido-tiosulfato de sodio para lograr el pH alto requerido para la destilación.

Dado que los reactivos pueden contener trazas de amoníaco, trate el blanco de reactivos igual que las muestras.

El cloro residual reacciona con el nitrógeno amoniacal. Se puede remover agitando la muestra o dejándola expuesta a la luz solar por al menos 1 h

Nitrato: Durante la digestión Kjeldahl, un exceso de nitrato superior a 10 mg/L puede oxidar una porción del amoníaco liberado a partir del Nitrógeno orgánico digerido, para producir  $NO_2$  y causar una interferencia negativa. Cuando está presente suficiente materia orgánica en un bajo estado de oxidación, el nitrato puede ser reducido a amoníaco, resultando en una interferencia positiva. Las condiciones bajo las cuales ocurren interferencias significantes no están bien definidas y no hay una vía probada para eliminar la interferencia en conjunción con los métodos Kjeldahl.

## 10. Referencias

NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - calidad del agua.

NMX-AA-089/2-1992 Protección al ambiente - calidad del agua.

NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua-Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980. Aguas residuales. - Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores. - Muestreo.

## 11. Anexo

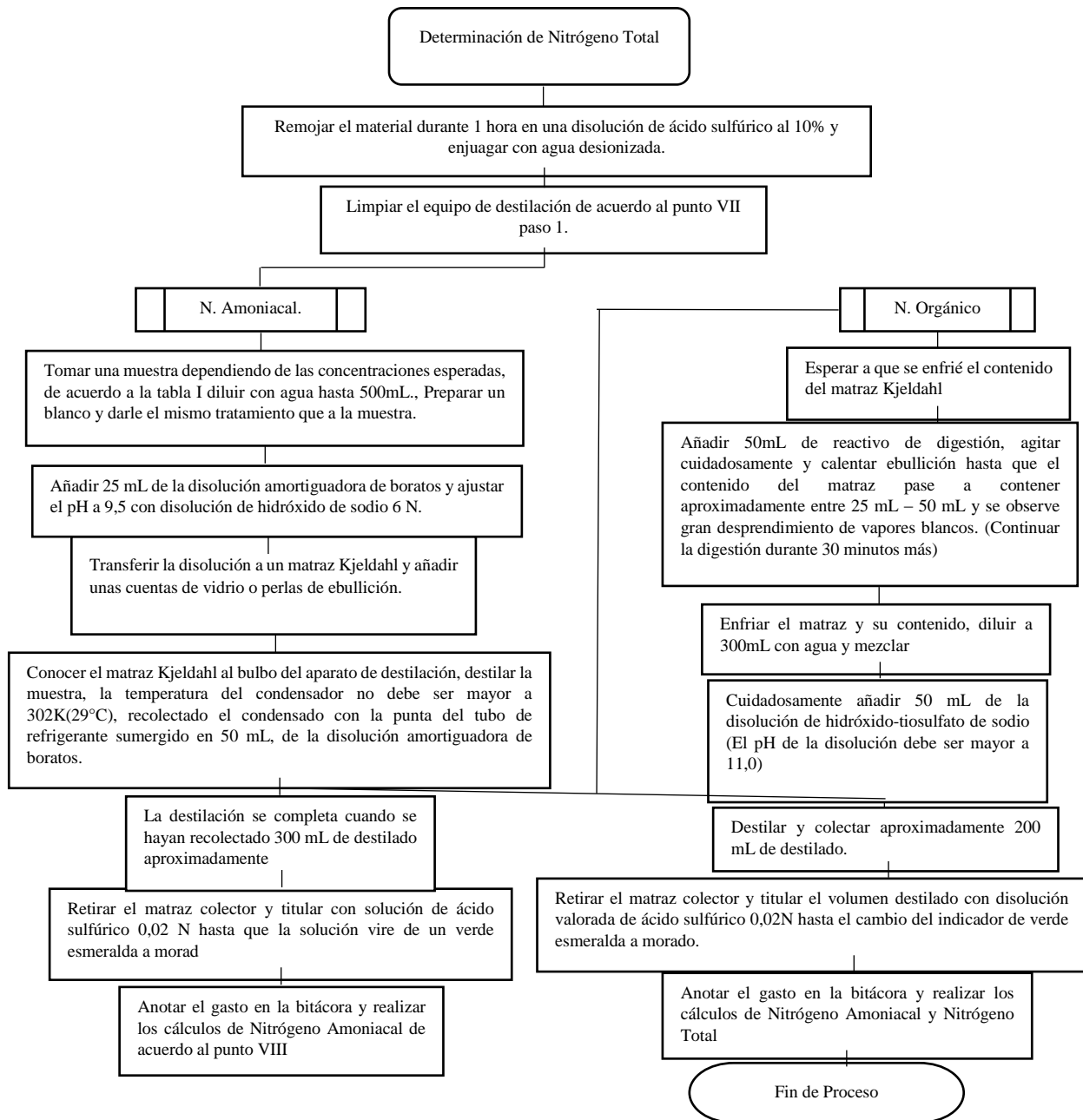
**Tabla 9.1** Selección de volumen de muestra en función de la concentración de masa de nitrógeno en la muestra

Concentración de masa de nitrógeno en la muestra (mg/L)	Volumen de muestra necesario(mL)
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-50	50.0
50-100	25.0

*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

## 10. Apéndice

Figura 9.1 Diagrama de proceso para el método de prueba para la determinación de nitrógeno total



Fuente de Consulta: Elaboración Propia

## Práctica 10 Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 1. Introducción

La vida, el crecimiento de microorganismos y el desarrollo de sus actividades metabólicas específicas, dependen de la disponibilidad de oxígeno molecular. El oxígeno libre es de primordial interés en los procesos aeróbicos. La evaluación del oxígeno disuelto (OD) en todo sistema de agua natural, es de importancia fundamental para conocer la distribución de organismos en los océanos, para los estudios de descomposición de materia orgánica y para la de productividad de los mismos. Todos los gases de la atmosfera tienen un grado de solubilidad en el agua. El nitrógeno y el oxígeno son clasificados como poco solubles, y no reaccionan químicamente con el agua, su solubilidad es directamente proporcional a su presión parcial de vapor saturado y de la temperatura del agua. La solubilidad también se ve afectada por el contenido de sólidos solubles. En aguas salinas disminuye la solubilidad.

La baja solubilidad del oxígeno es el factor que más limita la capacidad de purificación de las aguas naturales, por esto se requiere el tratamiento de los desechos para remover la polución antes de las descargas a los cuerpos receptores. En procesos de tratamientos biológicos aeróbicos, el límite de solubilidad del oxígeno es de gran importancia, porque de este depende la rata a la cual el oxígeno puede ser absorbido, y por lo tanto, del costo de la aireación. El Oxígeno Disuelto (OD) es el factor que indica el tipo de transformación biológica que está ocurriendo, y si esta es llevada a cabo por microorganismos aeróbicos o anaeróbicos.

La presencia de OD previene o reduce el inicio de la putrefacción y la producción de cantidades objetables de sulfuras, mercaptanos, y otros compuestos de mal olor, ya que la biooxidación aerobia produce sustancias finales inofensivas tales como  $CO_2$  y  $H_2O$ . En cambio, los microorganismos anaerobios efectúan la oxidación utilizando el oxígeno de ciertas sales inorgánicas con la formación de productos malolientes.

Este método se basa en adicionar una disolución de manganeso divalente y una disolución alcalina yoduro-azida de sodio a una muestra de agua contenida en un frasco de vidrio que debe permanecer cerrado. El oxígeno disuelto, OD, oxida al hidróxido de manganeso disuelto, en cantidad equivalente, para producir un precipitado de manganeso con valencia más alta. Se acidifica la muestra y los iones yoduro reducen al manganeso a su estado divalente produciéndose yodo equivalente al contenido de OD original. El yodo se titula con una disolución normalizada de tiosulfato de sodio. El punto final de la valoración se detecta visualmente con un indicador de almidón

### 2. Objetivo

Determinar los niveles de oxígeno disuelto (OD) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas que dependen de las actividades químicas, físicas y bioquímicas en los cuerpos de aguas.

#### 2.1. Descripción de la actividad

Determinar los niveles de oxígeno disuelto (OD) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas que dependen de las actividades químicas, físicas y bioquímicas en los cuerpos de aguas

### 3. Referencia normativa

NMX-AA-012-SCFI-2001 Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 4. Términos y definiciones

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

**Aguas residuales:** Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

**Bitácora:** Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se lleva a cabo.

**Blanco analítico o de reactivos:** Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

**Calibración:** Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

**Disolución estándar:** Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

**Disolución madre:** Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

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

**Límite de cuantificación del método (LCM):** Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

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

**Material de referencia:** Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

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

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

**Mensurando:** Magnitud particular sujeta a medición.

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

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

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

**Patrón (de medición):** Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

**Patrón de referencia:** Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

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

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

**Patrón primario:** Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

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

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Parrilla de agitación magnética
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- Enfriador
- Incubadora
- Bomba de vacío
- Matraces volumétricos de 500 mL y 1 000 mL
- Pipetas de 5 mL y de 10 mL
- Matraz kitazato
- Vaso de precipitado de 50 mL
- Barras magnéticas
- Embudo
- Papel filtro
- Manguera de hule
- Matraces Erlenmeyer de 250 mL y 1 000 mL, y
- Bureta de 25 mL con soporte.
- Botella tipo Winkler
- Probeta de 100 mL

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1. Reactivos

- Sulfato manganoso ( $MnSO_4 + 4H_2O$  o  $MnSO_4 + 2H_2O$  o  $MnSO_4 + H_2O$ )
- Hidróxido de potasio (KOH)
- Yoduro de potasio (KI) o yoduro de sodio (NaI)
- Azida de sodio ( $NaN_3$ )
- Almidón soluble
- Tiosulfato de sodio pentahidratado ( $Na_2S_2O_3 + 5H_2O$ )
- Ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ )
- Dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ )
- Biyodato de potasio ( $KH(IO_3)_2$ )
- Ácido salicílico ( $C_6H_4(OH)COOH$ )

Nota: Todos los reactivos que se emplean en la determinación deben ser grado analítico.

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

Se debe evitar que la muestra se agite o entre en contacto con el aire. El análisis de la muestra debe realizarse inmediatamente después de su recolección, por lo cual no es necesario adicionar ningún conservador. Si la muestra tiene que ser transportada, se debe mantener a 4°C aproximadamente y no se debe almacenar por más de 8 h.

### B) Preparación de las disoluciones de trabajo

- Disolución de sulfato manganoso: Disolver en agua 480 g de sulfato manganoso, filtrar y diluir a 1 L. Esta disolución debe usarse siempre y cuando no de color al adicionarle una disolución ácida de yoduro de potasio en presencia de almidón
- Disolución alcalina de yoduro-azida de sodio: Disolver en agua 500 g de hidróxido de sodio, 700 g de hidróxido de potasio y 150 g de yoduro de potasio, diluir a 1 L con agua destilada. A esta disolución agregar 10 g de azida de sodio disueltos en 40 mL de agua. Esta disolución no debe dar color con la disolución de almidón cuando se diluya y acidifique.
- Disolución indicadora de almidón: Disolver en 1 L de agua destilada caliente, 20 g de almidón soluble y 2 g de ácido salicílico como conservador. Mantener en refrigeración siempre que no esté en uso.
- Disolución estándar de tiosulfato de sodio (aprox. 0.025M): Pesar aproximadamente 6.205 g de tiosulfato de sodio y disolver en agua destilada y diluir a un litro; agregar un gramo de hidróxido de sodio en lentejas. Se debe calcular la concentración de esta disolución con una disolución de Biyodato de potasio 0.002 1 M o con una disolución de dicromato de potasio 0.025 N, usando la disolución de almidón como indicador (1 mL de la disolución valorada de tiosulfato 0,025 M es equivalente a 1mg de oxígeno disuelto).
- Disolución de Biyodato de potasio (0.002 1M): Pesar aproximadamente y con precisión 812.4 mg de Biyodato de potasio y aforar a 1 L con agua destilada
- Disolución de dicromato de potasio (0.025 N): Pesar aproximadamente y con precisión 1.226 g de dicromato de potasio previamente secado a 105°C durante 2 h y aforar a 1 L con agua destilada.
- Disolución de ácido sulfúrico 0.10 N: Lentamente y mientras se agita, agregar 2.8 mL de ácido sulfúrico concentrado a un volumen aproximado de 500 mL de agua destilada, mezclar bien y diluir a 1 L de agua destilada.
- Disolución de hidróxido de sodio 0.1 N: Pesar aproximadamente y con precisión 4 g de lentejas de hidróxido de sodio y diluir a 1 L.

### C) Valoración de las disoluciones de trabajo

En un matraz Erlenmeyer, disolver 1 g de yoduro de potasio exento de yodato en 60 mL de agua. Agregar 0.5 mL de ácido sulfúrico concentrado y 10 mL de la disolución de dicromato de potasio o Biyodato de potasio, diluir a 100 mL con agua y valorar el yodo con la disolución de tiosulfato, agregar el almidón hasta el final de la determinación, cuando se alcance un color amarillo pálido.

Valorar la disolución con mediante la ecuación 30:

$$N \text{ de tiosulfato} = \frac{V(KH(IO_3)_2) \times N(KH(IO_3)_2)}{mL \text{ gastados de tiosulfato}} \quad (30)$$

Dónde:

N es la normalidad

V es el volumen.

- D) Preparación de disolución control  
No aplica.
- E) Calibración de equipos  
No aplica

### 7. Fase analítica

- A) Acondicionamiento de la muestra  
No aplica
- B) Pretratamiento de la muestra  
No aplica
- C) Determinación de oxígeno disuelto
1. Para fijar el oxígeno, adicionar a la botella tipo Winkler de 300 mL de capacidad y llene la botella hasta rebosar la muestra y tápela, destape la botella y agregue 2 mL de sulfato manganoso.
  2. Agregar 2 mL de la disolución alcalina de yoduro-azida
  3. Tapar la botella tipo Winkler, tape cuidadosamente para evitar burbujas de aire y mezcle varias veces por inversión de la botella y dejar sedimentar el precipitado.
  4. Destape y añada 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, volver a tapar y mezclar por inversión hasta completa disolución del precipitado.
  5. Mida con una probeta 100 mL de la solución y trasváselos a un Erlenmeyer de 250 mL y titular con la disolución estándar de tiosulfato de sodio 0.025 M agregándolo gota a gota y agitando el Erlenmeyer hasta obtener un color amarillo pajizo pálido; en ese punto agregue de 3 a 5 gotas de solución de almidón en donde vira a color azul y continúe la titulación hasta la desaparición del color azul. Este es el punto final de la titulación. Si el color azul reaparece no se debe agregar más tiosulfato, ignore subsecuentes reapariciones del color.

### 8. Fase Post- analítica

- A) Resguardo de la muestra

Guardar la muestra en refrigeración durante 15 días contados a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal.

- B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

- C) Lavado de material

Lavar el material utilizado en la determinación conforme al Procedimiento para el Aseguramiento de la Calidad de los Resultados Analíticos.

### 9. Cálculos

Calcular el oxígeno disuelto mediante la ecuación 31 dada a continuación:

$$OD \text{ mg /L} = \frac{(M \times mL \text{ de tiosulfato} \times 8 \times 1000)}{98.7} \quad (31)$$



Donde:

M es la molaridad de tiosulfato;

8 son los gramos/ equivalente de oxígeno, y

98,7 es el volumen corregido por el desplazamiento de los reactivos agregados a la botella tipo Winkler.

Reportar los resultados en mg/L de OD con dos cifras significativas.

### 9.1. Repetibilidad

Este método se aplica especialmente en muestras que no contengan más de 50 mg de nitritos por litro ( $NO_2^-/L$ ) y no más de 1 mg de fierro por litro ( $Fe^{+2}/L$ ).

### 9.2 Interferencias

Las condiciones que afectan el análisis son:

1. Introducción de burbujas de aire en la muestra
2. Presencia de sustancias oxidantes o reductoras

### 10. Referencias

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

NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida.

NMX-AA-003-1980 Aguas residuales - Muestreo.

NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores. - Muestreo.

NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua.

PROY-NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

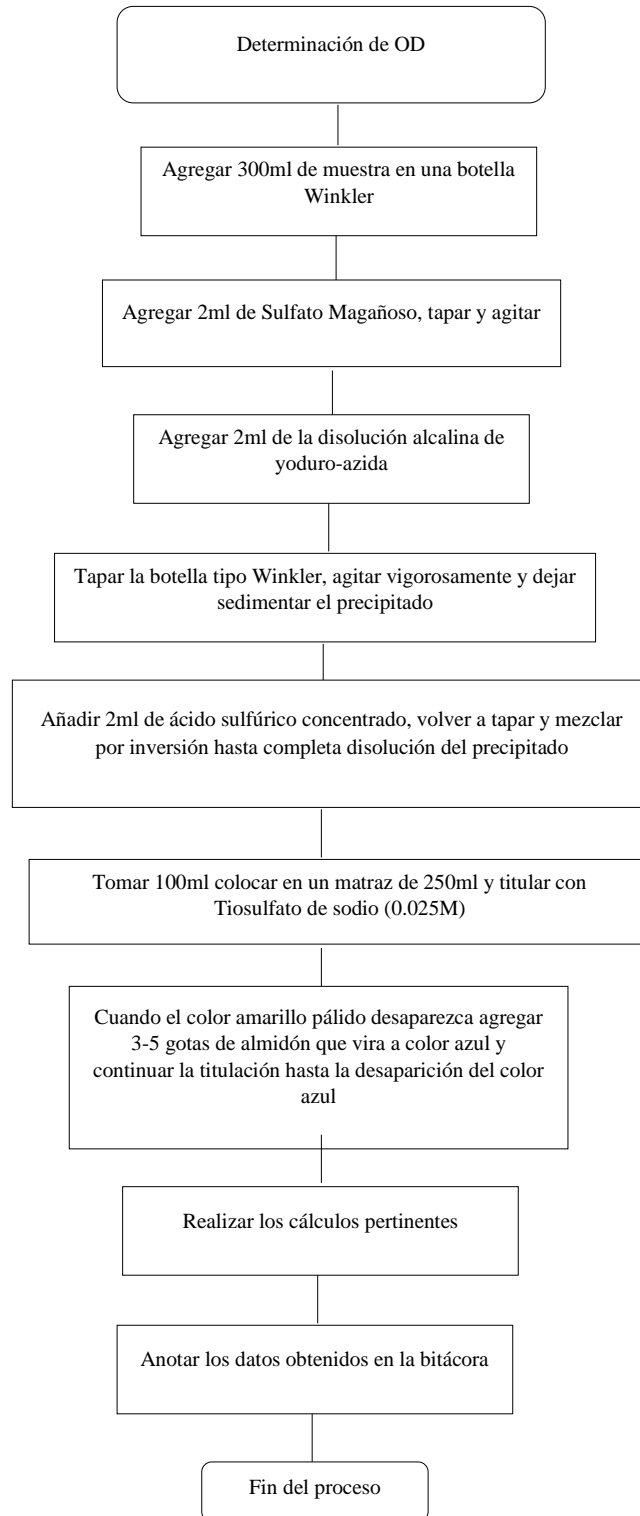
PROY-NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Criterios Ecológicos de Calidad del Agua.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

## 11. Apéndice

**Figura 10.1** Diagrama para el método de prueba para la determinación de oxígeno disuelto



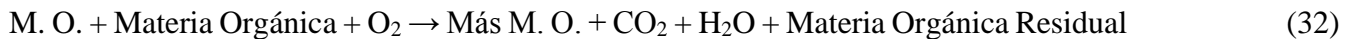
*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

## Práctica 11 Determinación de demanda bioquímica de oxígeno (DBO<sub>5</sub>) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 1. Introducción

Método que está basado en medir el oxígeno consumido por una población microbiana en condiciones en las que se ha inhibido los procesos fotosintéticos de producción de oxígeno en circunstancias que favorecen el desarrollo de los microorganismos. Se usa como una medida de la cantidad de oxígeno requerido para la oxidación de la materia orgánica biodegradable presente en una muestra de agua y como resultado de la acción de oxidación bioquímica aerobia.

Las complejas reacciones que intervienen pueden resumirse en la siguiente forma (Ecuación 32):



Donde M. O = Microorganismos

Se llenan los frascos Winkler con muestra hasta rebosar e incubar. El oxígeno disuelto se mide antes y después de la incubación a la temperatura establecida durante 5 días. La DBO<sub>5</sub> se calcula mediante la diferencia entre el OD inicial y final. La técnica supone la medida de la cantidad de oxígeno consumido por organismos vivos en la utilización de la materia orgánica presente en un residuo; por lo que hay que garantizar que durante todo el periodo de ensayo exista suficiente oxígeno disuelto para ser utilizado por los organismos.

Las diluciones que dan lugar a un OD residual de al menos 2mg/l después de 5 días de incubación a 20°C producen los resultados más fiables. La gran mayoría de las aguas residuales contienen más material demandante de oxígeno que el OD disponible, por tanto, es necesario diluir la muestra antes de la incubación para conocer la demanda y suministrar un balance apropiado, además de incorporar los nutrientes y amortiguar el pH de la muestra incubada para que permanezca en el rango apropiado para el crecimiento bacteriano.

### 2. Objetivo

Establecer la metodología para la determinación de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO<sub>5</sub>) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

#### 2.1. Descripción de la actividad

Determinar los niveles de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días.

### 3. Referencia normativa

En aguas naturales, residuales y residuales tratadas

### 4. Términos y definiciones

**Aguas naturales:** El agua cruda, subterránea y pluvial

**Aguas residuales:** Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, de servicios, agrícolas, pecuarios, domésticos y en general de cualquier otro uso.

**Biota:** Es un conjunto de organismos vivos tanto de origen vegetal como animal.

**Bitácora:** Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio.

**Blanco analítico o de reactivos:** Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

**Calibración:** Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

**Demanda bioquímica de oxígeno (DBO5):** Es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días.

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

**Disolución estándar:** Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

**Disolución madre:** Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

**Inóculo:** Es una suspensión de microorganismos vivos que se han adaptado para reproducirse en un medio específico.

**Material de referencia:** Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

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

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

**Medio aerobio:** Es aquel en el cual se desarrollan microorganismos en presencia de oxígeno molecular.

**Medio anaerobio:** Es aquel en el cual se desarrollan microorganismos en ausencia de oxígeno molecular.

**Mensurando:** Magnitud particular sujeta a medición.

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

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

**Parámetro:** Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad física, química y biológica del agua.

**Patrón (de medición):** Medida materializada, aparato de medición o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o varios valores conocidos de una magnitud para transmitirlos por comparación a otros instrumentos de medición.

**Patrón de referencia:** Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

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

**Patrón nacional:** El patrón autorizado para obtener, fijar o contrastar el valor de otros patrones de la misma magnitud, que sirve de base para la fijación de los valores de todos los patrones de la magnitud dada.

**Patrón primario:** Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

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

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

**Verificación de la calibración:** Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

## 5. Materiales, equipos e instrumentos

- Equipo de aireación con difusor
- Incubadora: Controlado por termostato a  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ . Eliminar toda la luz para evitar la posibilidad de producción fotosintética de oxígeno disuelto.
- Medidor de oxígeno disuelto
- Balanza analítica con precisión de 0.1 mg
- Bureta de 50 y 100 mL
- Botellas Winkler de vidrio para incubación con capacidad de 300 mL de aforo total y con boca estrecha, reborde y tapón de vidrio esmerilado, de forma cónica.
- Contratapa de politetrafluoroetileno u otro material plástico para botella Winkler

Nota: El material volumétrico utilizado debe ser clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado o verificado.

### 5.1. Reactivos

- Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: Resistividad, megohm-cm a  $25^{\circ}\text{C}$ : 0.2 min.; Conductividad,  $\mu\text{S}/\text{cm}$  a  $25^{\circ}\text{C}$ : 5.0 máx., y pH: 5.0 a 8.0.
- 2-cloro-6 (triclorometil) piridina
- Fosfato monobásico de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )
- Fosfato dibásico de potasio ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )
- Fosfato dibásico de sodio heptahidratado ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )
- Cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
- Sulfato de magnesio heptahidratado ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )
- Cloruro de calcio anhidro ( $\text{CaCl}_2$ )
- Cloruro férrico hexahidratado ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
- Ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Sulfito de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )
- Glucosa grado patrón primario ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )
- Ácido glutámico grado patrón primario ( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$ )

- Ácido clorhídrico (HCl)
- Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>)

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

## 6. Fase Pre-analítica

### A) Recolección, Preservación y Almacenamiento

Recolectar un mínimo de 1000 mL en envase de plástico, vidrio y taparse inmediatamente. Evitar llenar el recipiente hasta el borde. Conservar a 4°C hasta su análisis, máximo 24 hrs. Dejar que la muestra alcance una temperatura a 20°C antes de iniciar el análisis.

### B) Preparación de las disoluciones de trabajo

#### Para el agua de dilución:

- Disolución amortiguadora de fosfato: Pesar aproximadamente 8.5 g de fosfato monobásico de potasio, 21.75 g de fosfato dibásico de potasio, 33.4 g de fosfato dibásico de sodio heptahidratado y 1.7 g de cloruro de amonio, disolver en 500 mL de agua y aforar a 1 L. El pH de la disolución debe ser de 7.2.
- Desechar el reactivo (o cualquiera de los siguientes reactivos) si hay algún signo de crecimiento biológico en el frasco de almacenamiento.
- Disolución de sulfato de magnesio. Pesar aproximadamente 22.5 g de sulfato de magnesio heptahidratado, disolver en agua y diluir a 1 L.
- Disolución de cloruro de calcio. Pesar aproximadamente 27.5 g de cloruro de calcio anhidro, disolver en agua y diluir a 1 L.
- Disolución de cloruro férrico. Pesar aproximadamente 0.25 g de cloruro férrico hexahidratado, disolver en agua y diluir a 1 L.
- Disolución de ácido sulfúrico (0,1N). Agregar aproximadamente 2.8 mL de ácido sulfúrico concentrado a 500 mL de agua, mezclar bien y diluir hasta 1 L.
- Disolución de cloruro de amonio. Pesar aproximadamente 1.15 g de cloruro de amonio y disolver en 500 mL de agua, ajustar el pH a 7.2 con disolución de hidróxido de sodio y aforar a 1 L. La disolución contiene 0 mg N/mL.

#### Para la preparación de la muestra

- Disolución de hidróxido de sodio (0.1N). Pesar aproximadamente 4.0 g de hidróxido de sodio, disolver en agua y diluir a 1 L.
- Disolución de sulfito de sodio. Pesar aproximadamente 1.575 g de sulfito de sodio, disolver en agua y diluir a 1 L. Esta disolución no es estable; por lo que debe prepararse diariamente.
- Solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N: 28 mL. de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> del 97% de pureza y 1.84 de densidad hasta un litro.
- Inhibidor de la nitrificación: 2-doro-6 (tridorometil) piridina.

## Para el chequeo de las muestras

- Disolución patrón Estándar de glucosa-ácido glutámico. Secar glucosa y ácido glutámico a 103 °C durante una hora. Pesar aproximadamente y con precisión 150.0 mg de glucosa y 150.0 mg de ácido glutámico, diluir en agua y aforar a 1 L. Preparar inmediatamente antes de usarla. Esta disolución tiene una DBO<sub>5</sub> de 198 mg/L. Almacenarlo en un frasco de tapa de rosca estéril, refrigerado (puede mantenerse 1 semana a 4 °C). cuando se vaya a usar debe estar a temperatura ambiente.
- Control de la glucosa-ácido glutámico

Comprobar en cada lote analítico la calidad del agua de dilución, la efectividad del inóculo y la técnica analítica mediante determinaciones de la DBO<sub>5</sub> en muestras estándar de concentración conocida.

Utilizar la disolución de glucosa-ácido glutámico como disolución madre de control. La glucosa tiene una tasa excepcionalmente alta y variable de oxidación, pero cuando se utiliza con ácido glutámico, dicha tasa se estabiliza y es similar a la obtenida en muchas aguas residuales municipales. Alternativamente, si un agua residual particular contiene un componente principal identificable que contribuya a la DBO<sub>5</sub>, utilizar este compuesto en lugar de la glucosa-ácido glutámico.

Determinar la DBO<sub>5</sub> de una disolución al 2 % de la disolución de control patrón de glucosa-ácido glutámico utilizando la técnica con Inóculo o sin inóculo. El valor de la DBO<sub>5</sub> para esta solución patrón debe ser de 198±30.5 mg./L (sin inóculo). Si los resultados están fuera de este rango, debe buscar la causa del problema antes de analizar una muestra

Nota: También puede hacer el chequeo de la prueba con solución de glucosa de 300 mg/L. La DBO<sub>5</sub> de esta solución es de 224 mg/L (±11 mg/L), representa el 70% de la DBO teórica 320 mg/L

## Agua de dilución

- Preparación del agua de dilución

Colocar el volumen requerido de agua (la necesaria para el análisis) en un contenedor limpio. Añadir por cada litro de agua 1 mL de disolución de sulfato de magnesio, disolución de cloruro de calcio, disolución de cloruro férrico y disolución amortiguadora de fosfatos.

Preparar el agua de dilución diariamente. Analizar y almacenar el agua de dilución como se describe a continuación (apartado D), de tal forma que siempre tenga a mano agua de calidad garantizada. Saturar con oxígeno aireando con aire filtrado, libre de materia orgánica durante 1-2 h por lo menos. Si la muestra presenta alto contenido de biocidas como cloro o se sabe de su bajo contenido de materia orgánica, es necesario inocular la muestra. Si se requiere, sembrar el agua de dilución como se indica en el inciso. Antes de usar el agua de dilución debe ponerse a una temperatura aproximada de 20 °C.

- Control del agua de dilución

Utilizar este procedimiento como una comprobación aproximada de la calidad del agua de dilución. Si la disminución de oxígeno disuelto del agua excede de 0.2 mg/L, obtener agua de mejor calidad (ultrapura estéril).

Si se requiere inhibir la nitrificación, almacenar el agua de dilución sembrada en una habitación oscura a temperatura ambiente hasta que la captación de oxígeno disuelto se haya reducido lo suficiente para cumplir los criterios de comprobación del agua de dilución. No se recomienda su almacenamiento cuando la DBO<sub>5</sub> se va a determinar sin inhibir la nitrificación ya que pueden desarrollarse microorganismos nitrificantes durante ese tiempo.

Si el agua de dilución no ha sido almacenada para mejorar su calidad, añadir suficiente inóculo como para un consumo de OD de 0.05 mg/L a 0.1 mg/L en cinco días a 20 °C. Al Incubar en un frasco Winkler lleno de agua de dilución durante cinco días a 20 °C, el consumo no debe ser mayor a 0.2 mg/L y preferiblemente no menor a 0.1 mg/L.

### Preparación del Inoculo

– Fuente de la siembra.

Es necesario contar con una población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable de la muestra. El agua residual doméstica, los efluentes no clorados o sin desinfección, los efluentes de las plantas de tratamiento de desechos biológicos y las aguas superficiales que reciben las descargas de aguas residuales que contienen poblaciones microbianas satisfactorias. Algunas muestras no contienen una población microbiana suficiente (por ejemplo, algunos residuos industriales no tratados, residuos desinfectados, residuos de alta temperatura o con valores de pH extremos).

Para tales residuos, sembrar el agua de dilución añadiendo una población de microorganismos. La mejor siembra es la que proviene del efluente de un sistema de tratamiento biológico de aguas residuales. Cuando se usa como siembra el efluente de tratamiento biológico de sistema de aguas residuales se recomienda la inhibición de la nitrificación. Cuando no se disponga de ésta, utilizar el sobrenadante del agua residual doméstica después de dejarlo reposar a temperatura ambiente durante al menos 1 h, pero no más de 36 h. Determinar si la población existente es satisfactoria haciendo la prueba de la siembra en una muestra para DBO5. El incremento del valor de la DBO5 indica una siembra exitosa.

– Control del inóculo

Determinar la DBO5 del material de siembra como para cualquier otra muestra. Esto es una siembra control. A partir de este valor y de uno conocido de la dilución del material de siembra (en el agua de dilución) determinar el consumo de OD de la siembra. Lo ideal es hacer disoluciones tales de la siembra que la mayor cantidad de los resultados presenten una disminución de al menos el 50 % del OD. La representación de la disminución del OD (mg/L) con respecto a los mililitros de siembra, tiene que ser una línea recta cuya pendiente corresponde a la disminución de OD por mililitro del inóculo. La intersección del eje de las abscisas (OD) representa el consumo del oxígeno causado por el agua de dilución y debe ser inferior a 0,1 mg/L. Para determinar el consumo de OD de una muestra, se resta el consumo de OD de la siembra, del consumo de OD total. La captación de OD total del agua de dilución sembrada debe oscilar entre 0,6 mg/L y 1,0 mg/L.

C) Valoración de las disoluciones de trabajo  
No aplica

D) Preparación de disolución control  
No aplica

E) Calibración de equipos  
No aplica

### 7. Fase analítica

A) Acondicionamiento de la muestra

Aliste 3 botellas Winkler que contengan las muestras con las diluciones deseadas (al menos 3 diluciones por duplicado), 3 con blanco de agua de dilución, 3 con blanco con cepa (siembra) y 3 con el control estándar de glucosa-acido glutámico.

B) Pretratamiento de la muestra

– Si las muestras cuentan con pH ácidos o básicos



Neutralizar las muestras a un pH entre 6.5 y 7.5 con ácido sulfúrico o hidróxido de sodio de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más del 0.5 %. El pH del agua de dilución sembrada no debe verse afectado por la dilución de la muestra.

- Si las muestras contienen cloro residual

Si es posible, evitar las muestras que contengan cloro residual, tomándolas antes del proceso de cloración. Si la muestra ha sido clorada pero no hay residuo detectable de cloro, sembrar el agua de dilución.

Si hay cloro residual, eliminar el cloro de la muestra y sembrar con inóculo. No se deben analizar las muestras cloradas sin sembrar el agua de dilución. En algunas muestras, el cloro desaparece en el lapso de 1 h a 2 h después de su exposición a la luz.

Esto suele ocurrir durante el transporte o la manipulación de la muestra. Para las muestras en las que el residuo de cloro no se disipe en un tiempo razonablemente corto, eliminar el cloro residual añadiendo disolución de sulfito de sodio.

Determinar el volumen requerido de disolución de sulfito de sodio cuantificando el cloro residual total (Según la NMX-AA-100). Añadir a la muestra neutralizada el volumen relativo de la disolución de sulfito de sodio determinada por la prueba anterior, mezclar y después de 10 min a 20 min, comprobar el cloro residual de la muestra

- Si la muestra se encuentra sobresaturadas con OD

En aguas frías o en aguas donde se produce la fotosíntesis (aguas de embalses), es posible encontrar muestras que contienen más de 9.0 mg OD/L a 20 °C. Para evitar la pérdida de oxígeno durante la incubación de tales muestras, reducir el OD por saturación, calentando la muestra aproximadamente a 20 °C en frascos parcialmente llenos mientras se agitan con fuerza o se airean con aire limpio, filtrado y comprimido.

Ajustar la temperatura de la muestra a  $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  antes de hacer diluciones.

- Inhibición de la nitrificación

Si se requiere inhibir la nitrificación adicionar 3.0 mg de 2-cloro-6 (triclorometil) piridina a cada uno de los frascos antes de recolectar o bien adicionar la cantidad suficiente de agua para tener una concentración de 10 mg/L aproximadamente.

Entre las muestras que requieren inhibición de la nitrificación se incluyen, los efluentes tratados biológicamente, las muestras sembradas con efluentes tratados biológicamente y las aguas superficiales entre otras. Debe hacerse la observación del uso de inhibición del nitrógeno cuando se presente el informe de los resultados.

- Técnica de dilución

Las diluciones que dan lugar a un OD residual mayor de 1 mg/L y una captación de OD de al menos 2 mg/L después de 5 días de incubación producen los resultados más confiables. Hacer varias diluciones (al menos 3) por duplicado de la muestra preparada para obtener una captación de OD en dicho intervalo. La experimentación con una muestra concreta permite el uso de un número menor de diluciones. Un análisis más rápido tal como la DQO, presenta una correlación aproximada con la DBO5 y sirve como una guía para seleccionar las diluciones.

En ausencia de datos previos, utilizar las siguientes diluciones (Tabla 10.1)

**Tabla 11.1** Diluciones para utilizar en ausencia de datos previos en función del tipo de muestra a analizar

Tipos de muestra	% de Dilución
Residuos industriales fuertes	0 % a 1 %
Aguas residuales sedimentadas y crudas	1 % a 5 %
Efluente tratado biológicamente	del 5 % al 25 %
Aguas superficiales contaminadas	25 al 100 %

*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

- Preparación de todas las diluciones en frascos Winkler para determinar OD

Determinar el OD inicial en uno de los frascos de cada una de las diferentes diluciones. Los frascos de los duplicados de cada una de las diluciones se ajusta herméticamente el tapón, poner un sello hidráulico y la contratapa e incubar durante 5 días a 20°C.

1. 3 botellas Winkler con Blanco de dilución: agua de dilución
2. 3 botellas Winkler con Blanco de dilución con cepa: 2ml de cepa y agua de dilución.
3. 3 botellas Winkler con Diluciones: 3 diluciones de muestras en % determinados y agua de dilución
4. 3 botellas Winkler con Diluciones: 3 diluciones de muestras en % determinados, 2 mL de cepa y agua de dilución
5. 3 botellas Winkler con Control estándar: 2 % de glucosa-ácido glutámico y blanco de agua de dilución
6. 3 botellas Winkler con Control estándar con cepa: 6 ml de glucosa-ácido glutámico al 2 %, 2 mL de cepa y blanco de agua de dilución

Nota: No realizar diluciones mayores de 1:300 (1mL) de la muestra de un frasco). Se sugiere también realizar diluciones según Anexo.

#### C) Determinación del OD

La determinación del OD inicial y final se realiza por medio del método yodométrico de azida modificado, de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-012-SCFI.

Utilizando una pipeta volumétrica, añadir el volumen de muestra deseado a frascos Winkler individuales de 300 mL. Añadir cantidades adecuadas del material de siembra a los frascos tipo Winkler o al agua de dilución. Llenar los frascos con suficiente agua de dilución, sembrada si es necesario, de forma que la inserción del tapón desplace todo el aire, sin dejar burbujas.

Incubar a 20 °C ± 1 °C todas las botellas de DBO5 que contengan las muestras con las diluciones deseadas, los controles de siembra, los blancos de agua de dilución y el control de glucosa-ácido glutámico. En caso de no contar con contratapas, diariamente se debe verificar que el sello hidráulico esté intacto en cada botella incubada, agregar agua si es necesario.

Después de 5 días de incubación determinar el OD en las diluciones de la muestra, en los controles, los controles de siembra y en los blancos. La medición del OD debe ser realizada inmediatamente después de destapar la botella de Winkler, para evitar la absorción de oxígeno del aire por la muestra.

## 8. Fase Post- analítica

### A) Resguardo de la muestra

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 24 hrs a partir de la fecha de emisión de resultados. Posteriormente desechar la muestra de agua al drenaje municipal. No se debe agregar ningún preservador a las muestras. Solo deben conservarse a 4 °C hasta su análisis.

### B) Desecho de residuos químicos

Desechar los residuos químicos conforme al Procedimiento para el Manejo de Residuos Peligrosos Biológico-Infeciosos y Residuos Peligrosos Vigente.

### C) Lavado de material

Todo el material usado en la determinación debe ser exclusivo para este procedimiento. Para el lavado del material remojar durante 1 h en una disolución de ácido sulfúrico al 10 % y enjuagar con agua. Los detergentes con base de amoniaco no deben usarse para la limpieza del material.

Los contenedores de las muestras deben lavarse con disolución de detergente no iónico, libre de metales, enjuagarse con agua, remojar en ácido toda la noche y volver a enjuagarse con agua libre de metales. Para el material de cuarzo, politetrafluoroetileno o material de vidrio debe dejarse remojando de 12 h a 24 h con  $HNO_3$  (1:1), HCl (1:1) o con agua regia (3 partes de HCl concentrado + 1 parte de  $HNO_3$  concentrado) a 70 °C solo en los casos que presente material adherido, después debe ser enjuagado con agua libre de metales. En los casos de que el material presente grasas, enjuagar con acetona y/o hexano.

## 9. Cálculos

Realizar los cálculos de acuerdo a las siguientes ecuaciones dadas a continuación dependiendo del caso:

Cuando no se utilice inóculo ni diluciones (Ecuación 33):

$$DBO_5 = OD_i \text{ mg/L} - OD_5 \text{ mg/L} \quad (33)$$

Donde:

$OD_i$  mg/L es el oxígeno disuelto inicial,

$OD_5$  mg/L es el oxígeno disuelto al quinto día.

Cuando se emplea una dilución (Ecuación 34):

$$DBO_5 \text{ mg/L} = \frac{OD_i \text{ mg/L} - OD_5 \text{ mg/L}}{\% \text{ de dilución expresado en decimales}} \quad (34)$$

Cuando se utiliza inóculo:

– Sin dilución (Ecuación 32):

$$DBO_5 \text{ (mg/L)} = (OD_i \text{ (mg/L)} - OD_5 \text{ (mg/L)}) - (C1 \frac{(B1-B2)(Vt)}{C2(Vm)}) \quad (35)$$

– Con dilución:

$$DBO_5 \text{ (mg/L)} = (OD_i \text{ (mg/L)} - OD_5 \text{ (mg/L)}) - (C1 \frac{(B1-B2)(Vt)}{C2(Vm)} | P) \quad (36)$$

Donde:

B1: es el OD del inóculo antes de la incubación, en mg/L;

B2: es el OD del inóculo después de la incubación, en mg/L;

C1: es el volumen de inóculo en la muestra;

C2: es el volumen de inóculo en el inóculo control;

Vt: es el volumen total del frasco Winkler, y

Vm: es el volumen de muestra sembrada

Expresar los resultados como  $CDBO_5$  si se inhibe la nitrificación. Reportar los resultados en mg/L de  $DBO_5$  con dos cifras significativas.

**Tabla 10.2** Límites máximos permisibles de  $DBO_5$

Ríos				Embalses naturales y artificiales						Aguas costeras					
Uso en riego agrícola		Uso público urbano		Protección de vida acuática		Uso en riego agrícola		Uso público urbano		Explotación pesquera, navegación y otros usos		Recreación		Estuarios	
PM	PD	PM	PD	PM	PD	PM	PD	PM	PD	PM	PD	PM	PD	PM	PD
150	200	75	150	30	60	75	150	30	60	150	200	75	150	75	150
PM: Promedio Mensual				PD: Promedio Diario											

*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

### 9.1. Repetibilidad

Referirse a la NOM-001-SEMARNAT-1996, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

**Tabla 10.3** Límites máximos permisibles de contaminantes por promedio mensual de  $DBO_5$ .

Tipo de reuso	$DBO_5$ mg/L
Servicios al público con contacto directo	20
Servicios al público con contacto indirecto u ocasional	30

*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

### 9.2. Interferencias

El pH ácido o alcalino, cloro residual, nitritos y sustancias inorgánicas y orgánicas reductoras.

## 10. Referencias

NMX-AA-012 SCFI-2001 Análisis de agua - Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

NMX-AA-100-1987 Calidad del agua – Determinación de cloro total – Método yodométrico.

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

NOM-003-SEMARNAT-1997, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

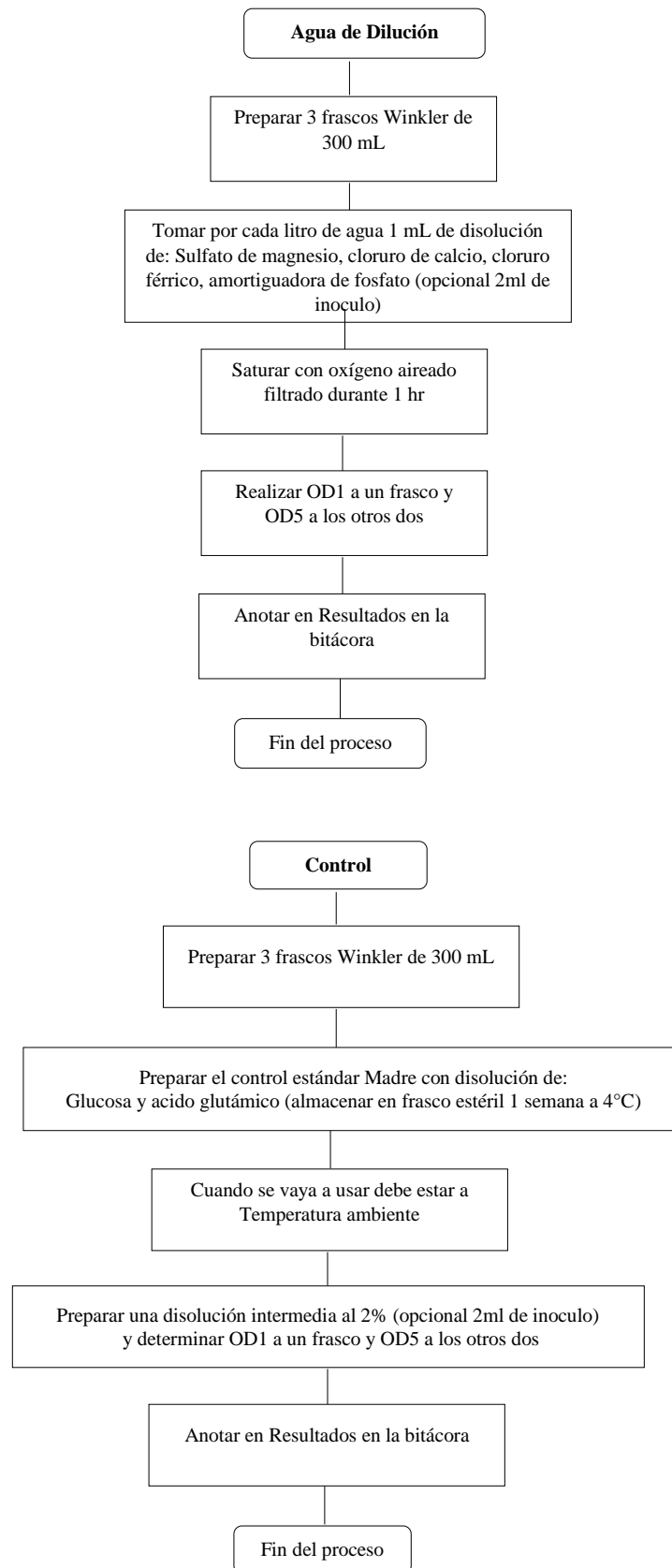
NOM-008-SCFI-2002. Sistema General de Unidades de Medida.

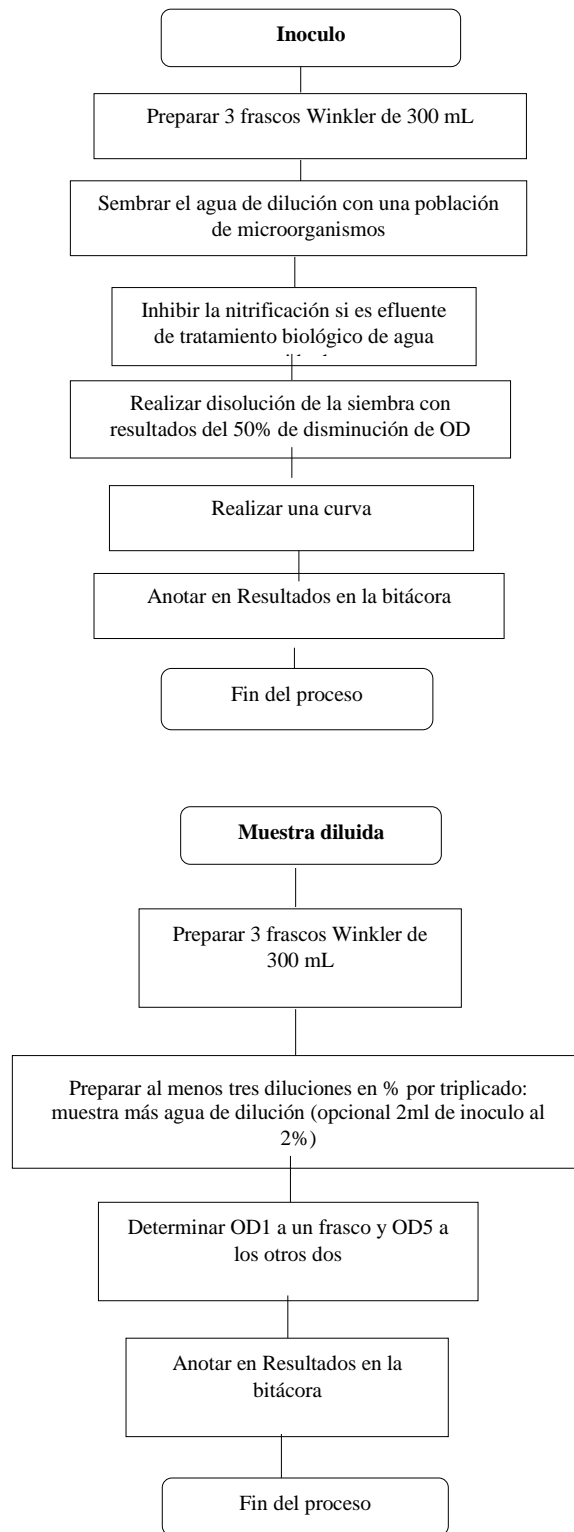
NMX-AA-003-1980. Aguas residuales. - Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores. - Muestreo.

## 11. Apéndice

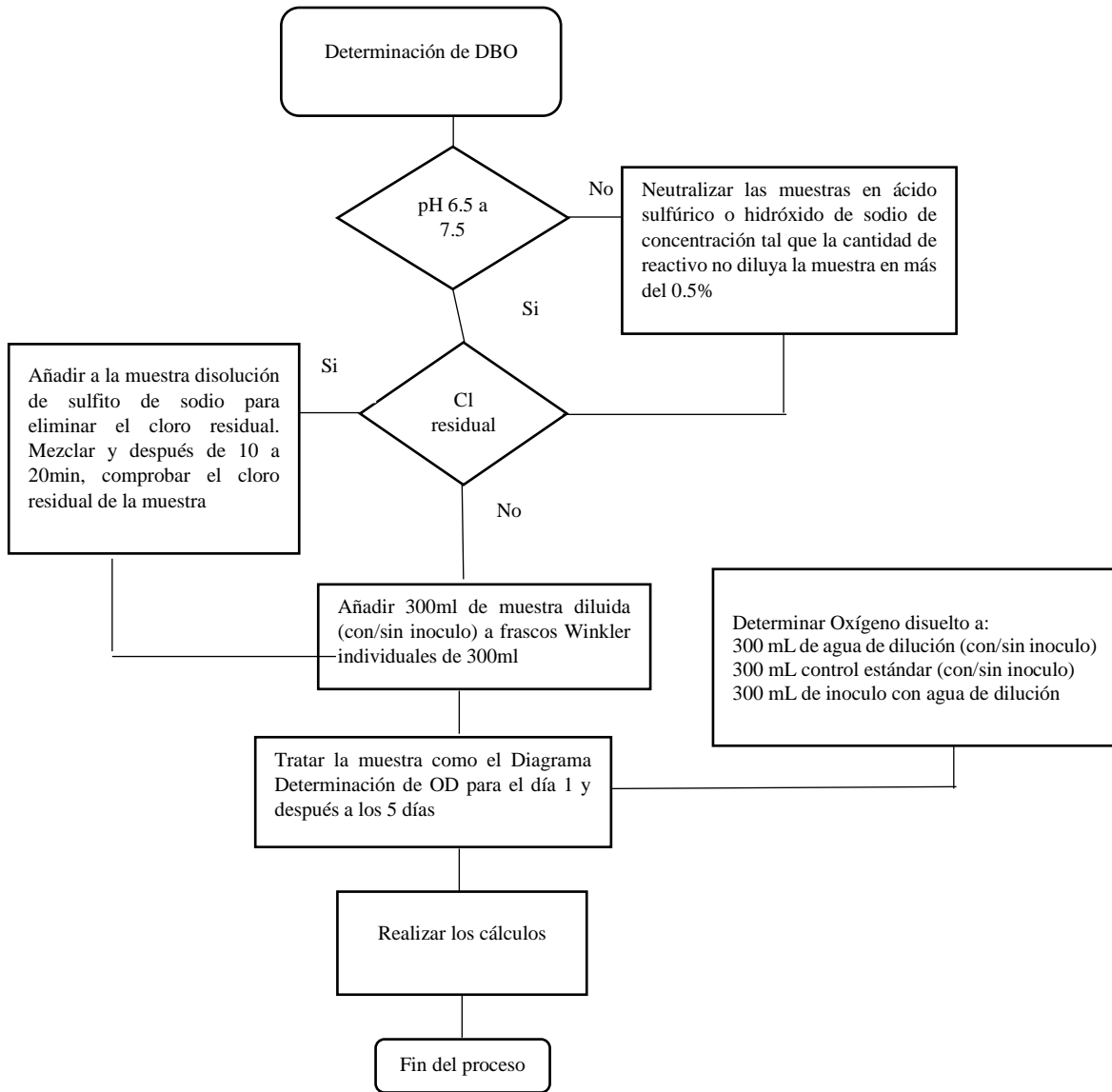
**Figura 10.1** Diagramas de flujo para preparación de disoluciones del método de prueba demanda bioquímica de oxígeno





*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

**Figura 10.1** Método de prueba para la determinación de la demanda bioquímica de oxígeno



*Fuente de Consulta: Elaboración Propia*

## Referencias

- Anda Sánchez, J. D. (2017). Saneamiento descentralizado y reutilización sustentable de las aguas residuales municipales en México. *Sociedad y ambiente*, (14), 119-143. ISSN 2007-6576. Disponible en: <https://www.scielo.org.mx/pdf/sya/n14/2007-6576-sya-14-119.pdf>
- Chambi, M. C. (2019). Evaluación del método gravimétrico y su validación respecto al de absorción atómica en la determinación de molibdeno. Universidad Nacional San Agustín de Arequipa, Perú. Disponible en: <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/10835>
- García Quero, R., Bonilla Martínez, D., & Villegas González, A. (2016). Implementación de un método espectrofotométrico para la determinación cuantitativa de adrenalina en muestras de uso farmacéutico. *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*, 47(3), 67-78. ISSN: 1870-0195. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=57956611006>
- López Acero, R. (2009). *Métodos gravimétricos de análisis químico*. Buenos Aires (Argentina), Argentina: El Cid Editor | apuntes. Recuperado de: <https://elibro.net/es/ereader/uacam/28103?page=4>.
- NMX-AA-115-SCFI-2015. *Análisis de Agua - Criterios Generales para el control de la calidad de resultados analíticos*. Recuperado de: <https://hdl.handle.net/20.500.12371/17068>
- Sánchez, J.; Álvarez, T.; Pacheco, J.; Carrillo, L. & González, R. (2016). Calidad del agua subterránea: acuífero sur de Quintana Roo, México. *Tecnología y ciencias del agua*, 7(4), 75-96. ISSN 2007-2422. Disponible en: [https://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S2007-24222016000400075&script=sci\\_arttext](https://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S2007-24222016000400075&script=sci_arttext)
- UN SDGs (2016). United Nations Sustainable Development Goal 6: Ensure Availability and Sustainable Management of Water and Sanitation for All. Recuperado de <https://sustainabledevelopment.un.org/sdg6>



## **Instrucciones para Publicación Científica, Tecnológica y de Innovación**

---

### **[Título en Times New Roman y Negritas No. 14 en Español e Inglés]**

Apellidos (EN MAYUSCULAS), Nombre del 1<sup>er</sup> Autor†\*, Apellidos (EN MAYUSCULAS), Nombre del 1<sup>er</sup> Coautor, Apellidos (EN MAYUSCULAS), Nombre del 2<sup>do</sup> Coautor y Apellidos (EN MAYUSCULAS), Nombre del 3<sup>er</sup> Coautor

*Institución de Afiliación del Autor incluyendo dependencia (en Times New Roman No.10 y Cursiva)*

#### International Identification of Science - Technology and Innovation

ID 1<sup>er</sup> Autor: (ORC ID - Researcher ID Thomson, arXiv Author ID - PubMed Autor ID - Open ID) y CVU 1er Autor: (Becario-PNPC o SNI-CONAHCYT) (No.10 Times New Roman)

ID 1<sup>er</sup> Coautor: (ORC ID - Researcher ID Thomson, arXiv Author ID - PubMed Autor ID - Open ID) y CVU 1er Coautor: (Becario-PNPC o SNI-CONAHCYT) (No.10 Times New Roman)

ID 2<sup>do</sup> Coautor: (ORC ID - Researcher ID Thomson, arXiv Author ID - PubMed Autor ID - Open ID) y CVU 2do Coautor: (Becario-PNPC o SNI-CONAHCYT) (No.10 Times New Roman)

ID 3<sup>er</sup> Coautor: (ORC ID - Researcher ID Thomson, arXiv Author ID - PubMed Autor ID - Open ID) y CVU 3er Coautor: (Becario-PNPC o SNI-CONAHCYT) (No.10 Times New Roman)

(Indicar Fecha de Envío: Mes, Día, Año); Aceptado (Indicar Fecha de Aceptación: Uso Exclusivo de ECORFAN)

Citación: Primer letra (EN MAYUSCULAS) del Nombre del 1er Autor. Apellido, Primer letra (EN MAYUSCULAS) del Nombre del 1er Coautor. Apellido, Primer letra (EN MAYUSCULAS) del Nombre del 2do Coautor. Apellido, Primer letra (EN MAYUSCULAS) del Nombre del 3er Coautor. Apellido

Correo institucional [Times New Roman No.10]

Primera letra (EN MAYUSCULAS) del Nombre Editores. Apellidos (eds.) Título del Book [Times New Roman No.10], Temas Selectos del área que corresponde ©ECORFAN- Filial, Año.

# Instrucciones para Publicación Científica, Tecnológica y de Innovación

---

## Abstract

Texto redactado en Times New Roman No.12, espacio sencillo, en inglés.

**Indicar (3-5) palabras clave en Times New Roman y Negritas No.12**

## Introducción

Texto redactado en Times New Roman No.12, espacio sencillo.

Explicación del tema en general y explicar porque es importante.

¿Cuál es su valor agregado respecto de las demás técnicas?.

Enfocar claramente cada una de sus características.

Explicar con claridad el problema a solucionar y la hipótesis central.

Explicación de las secciones del Capítulo.

## Desarrollo de Secciones y Apartados del Capítulo con numeración subsecuente

[Título en Times New Roman No.12, espacio sencillo y Negrita]

Desarrollo de Capítulos en Times New Roman No.12, espacio sencillo.

Inclusión de Gráficos, Figuras y Tablas-Editables

En *el contenido del Capítulo* todo gráfico, tabla y figura debe ser editable en formatos que permitan modificar tamaño, tipo y número de letra, a efectos de edición, estas deberán estar en alta calidad, no pixeladas y deben ser notables aun reduciendo la imagen a escala.

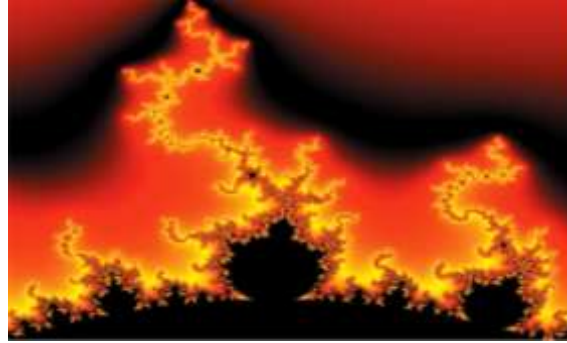
[Indicando el título en la parte Superior con Times New Roman No.12 y Negrita, señalando la fuente en la parte Inferior centrada con Times New Roman No. 10]

**Tabla 1.1** Título

Variable	Descripción	Valor
P <sub>1</sub>	Partición 1	481.00
P <sub>2</sub>	Partición 2	487.00
P <sub>3</sub>	Partición 3	484.00
P <sub>4</sub>	Partición 4	483.50
P <sub>5</sub>	Partición 5	484.00
P <sub>6</sub>	Partición 6	490.79
P <sub>7</sub>	Partición 7	491.61

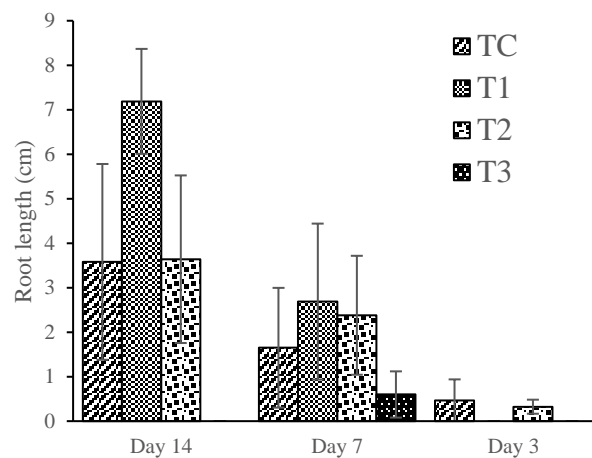
Fuente de Consulta:  
(No deberán ser imágenes, todo debe ser editable)

**Figura 1.1 Título**



Fuente de Consulta:  
(No deberán ser imágenes, todo debe ser editable)

**Gráfico 1.1 Título**



Fuente de Consulta:  
(No deberán ser imágenes, todo debe ser editable)

Cada Capítulo deberá presentar de manera separada en 3 Carpetas: a) Figuras, b) Gráficos y c) Tablas en formato .JPG, indicando el número en Negrita y el Título secuencial.

Para el uso de Ecuaciones, señalar de la siguiente forma:

$$\int_{lim^{-1}}^{lim^1} = \int \frac{lim^1}{lim^{-1}} = \left[ \frac{1(-1)}{lim} \right]^2 = \frac{(0)^2}{lim} = \sqrt{lim} = 0 = 0 \rightarrow \infty \quad (1)$$

Deberán ser editables y con numeración alineada en el extremo derecho.

### **Metodología a desarrollar**

Dar el significado de las variables en redacción lineal y es importante la comparación de los criterios usados.

### **Resultados**

Los resultados deberán ser por sección del Capítulo.

# **Instrucciones para Publicación Científica, Tecnológica y de Innovación**

---

## **Anexos**

Tablas y fuentes adecuadas.

Agradecimiento

Indicar si fueron financiados por alguna Institución, Universidad o Empresa.

## **Conclusiones**

Explicar con claridad los resultados obtenidos y las posibilidades de mejora.

## **Referencias**

Utilizar sistema APA. No deben estar numerados, tampoco con viñetas, sin embargo en caso necesario de numerar será porque se hace referencia o mención en alguna parte del Capítulo.

## **Ficha Técnica**

Cada Capítulo deberá presentar en un documento Word (.docx):

Nombre del Book

Título del Capítulo

Abstract

Keywords

Secciones del Capítulo, por ejemplo:

1. *Introducción*
2. *Descripción del método*
3. *Análisis a partir de la regresión por curva de demanda*
4. *Resultados*
5. *Agradecimiento*
6. *Conclusiones*
7. *Referencias*

Nombre de Autor (es)

Correo Electrónico de Correspondencia al Autor

Referencias

## **Requerimientos de Propiedad Intelectual para su edición:**

-Firma Autógrafa en Color Azul del Formato de Originalidad del Autor y Coautores.

-Firma Autógrafa en Color Azul del Formato de Aceptación del Autor y Coautores.

-Firma Autógrafa en Color Azul del Formato de Conflicto de Intereses del Autor y Coautores.

## **Reserva a la Política Editorial**

ECORFAN Books se reserva el derecho de hacer los cambios editoriales requeridos para adecuar la Obra Científica a la Política Editorial del ECORFAN Books. Una vez aceptada la Obra Científica en su versión final, el ECORFAN Books enviará al autor las pruebas para su revisión. ECORFAN® únicamente aceptará la corrección de erratas y errores u omisiones provenientes del proceso de edición de la revista reservándose en su totalidad los derechos de autor y difusión de contenido. No se aceptarán supresiones, sustituciones o añadidos que alteren la formación de la Obra Científica.

## **Código de Ética – Buenas Prácticas y Declaratoria de Solución a Conflictos Editoriales**

Declaración de Originalidad y carácter inédito de la Obra Científica, de Autoría, sobre la obtención de datos e interpretación de resultados, Agradecimientos, Conflicto de intereses, Cesión de derechos y distribución.

La Dirección de ECORFAN-México, S.C reivindica a los Autores de la Obra Científica que su contenido debe ser original, inédito y de contenido Científico, Tecnológico y de Innovación para someterlo a evaluación.

Los Autores firmantes de la Obra Científica deben ser los mismos que han contribuido a su concepción, realización y desarrollo, así como a la obtención de los datos, la interpretación de los resultados, su redacción y revisión. El Autor de correspondencia de la Obra Científica propuesto requisitara el formulario que sigue a continuación.

Título de la Obra Científica:

- El envío de una Obra Científica a ECORFAN Books emana el compromiso del autor de no someterlo de manera simultánea a la consideración de otras publicaciones seriadas para ello deberá complementar el Formato de Originalidad para su Obra Científica, salvo que sea rechazado por el Comité de Arbitraje, podrá ser retirado.
- Ninguno de los datos presentados en esta Obra Científica ha sido plagiado ó inventado. Los datos originales se distinguen claramente de los ya publicados. Y se tiene conocimiento del testeo en PLAGSCAN si se detecta un nivel de plagio Positivo no se procederá a arbitrar.
- Se citan las referencias en las que se basa la información contenida en la Obra Científica, así como las teorías y los datos procedentes de otras Obras Científicas previamente publicados.
- Los autores firman el Formato de Autorización para que su Obra Científica se difunda por los medios que ECORFAN-México, S.C. en su Holding México considere pertinentes para divulgación y difusión de su Obra Científica cediendo sus Derechos de Obra Científica.
- Se ha obtenido el consentimiento de quienes han aportado datos no publicados obtenidos mediante comunicación verbal o escrita, y se identifican adecuadamente dicha comunicación y autoría.
- El Autor y Co-Autores que firman este trabajo han participado en su planificación, diseño y ejecución, así como en la interpretación de los resultados. Asimismo, revisaron críticamente el trabajo, aprobaron su versión final y están de acuerdo con su publicación.
- No se ha omitido ninguna firma responsable del trabajo y se satisfacen los criterios de Autoría Científica.
- Los resultados de esta Obra Científica se han interpretado objetivamente. Cualquier resultado contrario al punto de vista de quienes firman se expone y discute en la Obra Científica.

## Copyright y Acceso

La publicación de esta Obra Científica supone la cesión del copyright a ECORFAN-Mexico, S.C en su Holding México para su ECORFAN Books, que se reserva el derecho a distribuir en la Web la versión publicada de la Obra Científica y la puesta a disposición de la Obra Científica en este formato supone para sus Autores el cumplimiento de lo establecido en la Ley de Ciencia y Tecnología de los Estados Unidos Mexicanos, en lo relativo a la obligatoriedad de permitir el acceso a los resultados de Investigaciones Científicas.

Título de la Obra Científica:

Nombre y apellidos del Autor de contacto y de los Coautores	Firma
1.	
2.	
3.	
4.	

## Principios de Ética y Declaratoria de Solución a Conflictos Editoriales

### Responsabilidades del Editor

El Editor se compromete a garantizar la confidencialidad del proceso de evaluación, no podrá revelar a los Árbitros la identidad de los Autores, tampoco podrá revelar la identidad de los Árbitros en ningún momento.

El Editor asume la responsabilidad de informar debidamente al Autor la fase del proceso editorial en que se encuentra el texto enviado, así como de las resoluciones del arbitraje a Doble Ciego.

El Editor debe evaluar los manuscritos y su contenido intelectual sin distinción de raza, género, orientación sexual, creencias religiosas, origen étnico, nacionalidad, o la filosofía política de los Autores.

El Editor y su equipo de edición de los Holdings de ECORFAN® no divulgarán ninguna información sobre la Obra Científica enviado a cualquier persona que no sea el Autor correspondiente.

El Editor debe tomar decisiones justas e imparciales y garantizar un proceso de arbitraje por pares justa.

### Responsabilidades del Consejo Editorial

La descripción de los procesos de revisión por pares es dado a conocer por el Consejo Editorial con el fin de que los Autores conozcan cuáles son los criterios de evaluación y estará siempre dispuesto a justificar cualquier controversia en el proceso de evaluación. En caso de Detección de Plagio a la Obra Científica el Comité notifica a los Autores por Violación al Derecho de Autoría Científica, Tecnológica y de Innovación.

### Responsabilidades del Comité Arbitral

Los Árbitros se comprometen a notificar sobre cualquier conducta no ética por parte de los Autores y señalar toda la información que pueda ser motivo para rechazar la publicación de la Obra Científica. Además, deben comprometerse a mantener de manera confidencial la información relacionada con la Obra Científica que evalúan.

Cualquier manuscrito recibido para su arbitraje debe ser tratado como documento confidencial, no se debe mostrar o discutir con otros expertos, excepto con autorización del Editor.

Los Árbitros se deben conducir de manera objetiva, toda crítica personal al Autor es inapropiada.

Los Árbitros deben expresar sus puntos de vista con claridad y con argumentos válidos que contribuyan al hacer Científico, Tecnológica y de Innovación del Autor.

Los Árbitros no deben evaluar los manuscritos en los que tienen conflictos de intereses y que se hayan notificado al Editor antes de someter la Obra Científica a evaluación.

### **Responsabilidades de los Autores**

Los Autores deben garantizar que sus Obras Científicas son producto de su trabajo original y que los datos han sido obtenidos de manera ética.

Los Autores deben garantizar no han sido previamente publicados o que no estén siendo considerados en otra publicación seriada.

Los Autores deben seguir estrictamente las normas para la publicación de Obra Científica definidas por el Consejo Editorial.

Los Autores deben considerar que el plagio en todas sus formas constituye una conducta no ética editorial y es inaceptable, en consecuencia, cualquier manuscrito que incurra en plagio será eliminado y no considerado para su publicación.

Los Autores deben citar las publicaciones que han sido influyentes en la naturaleza de la Obra Científica presentado a arbitraje.

### **Servicios de Información**

#### **Indización - Bases y Repositorios**

RESEARCH GATE (Alemania)

MENDELEY (Gestor de Referencias bibliográficas)

GOOGLE SCHOLAR (Índices de citaciones-Google)

REDIB (Red Iberoamericana de Innovación y Conocimiento Científico- CSIC)

#### **Servicios Editoriales**

Identificación de Citación e Índice H

Administración del Formato de Originalidad y Autorización

Testeo de Books con PLAGSCAN

Evaluación de Obra Científica

Emisión de Certificado de Arbitraje

Edición de Obra Científica

Maquetación Web

Indización y Repositorio

Publicación de Obra Científica

Certificado de Obra Científica

Facturación por Servicio de Edición

#### **Política Editorial y Administración**

Parque Pedregal Empresarial 3580 - Boulevard Adolfo Ruiz Cortines, CP-01900. San Jerónimo Aculco  
Álvaro Obregón - Ciudad de México. Tel: +52 1 55 6159 2296, +52 1 55 1260 0355, +52 1 55 6034  
9181; Correo electrónico: [contact@ecorfan.org](mailto:contact@ecorfan.org) [www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)

## **ECORFAN®**

### **Editor en Jefe**

VARGAS-DELGADO, Oscar. PhD

### **Directora Ejecutiva**

RAMOS-ESCAMILLA, María. PhD

### **Director Editorial**

PERALTA-CASTRO, Enrique. MsC

### **Diseñador Web**

ESCAMILLA-BOUCHAN, Imelda. PhD

### **Diagramador Web**

LUNA-SOTO, Vladimir. PhD

### **Asistentes Editoriales**

SORIANO-VELASCO, Jesús. BsC

### **Filóloga**

RAMOS-ARANCIBIA, Alejandra. BsC

### **Publicidad y Patrocinio**

(ECORFAN®- Mexico- Bolivia- Spain- Ecuador- Cameroon- Colombia- El Salvador- Guatemala- Nicaragua- Peru- Paraguay- Democratic Republic of The Congo- Taiwan), [sponsorships@ecorfan.org](mailto:sponsorships@ecorfan.org)

### **Licencias del Sitio**

03-2010-032610094200-01-Para material impreso, 03-2010-031613323600-01-Para material electrónico, 03-2010-032610105200-01-Para material fotográfico, 03-2010-032610115700-14-Para Compilación de Datos, 04 -2010-031613323600-01-Para su página Web, 19502-Para la Indización Iberoamericana y del Caribe, 20-281 HB9-Para la Indización en América Latina en Ciencias Sociales y Humanidades, 671-Para la Indización en Revistas Científicas Electrónicas España y América Latina, 7045008-Para su divulgación y edición en el Ministerio de Educación y Cultura-España, 25409-Para su repositorio en la Biblioteca Universitaria-Madrid, 16258-Para su indexación en Dialnet, 20589-Para Indización en el Directorio en los países de Iberoamérica y el Caribe, 15048-Para el registro internacional de Congresos y Coloquios. [financingprograms@ecorfan.org](mailto:financingprograms@ecorfan.org)

### **Oficinas de Gestión**

Parque Pedregal Empresarial 3580 - Boulevard Adolfo Ruiz Cortines, CP-01900. San Jerónimo Aculco  
Álvaro Obregón - Ciudad de México

21 Santa Lucía, CP-5220. Libertadores -Sucre – Bolivia.

38 Matacerquillas, CP-28411. Morazarzal –Madrid-España.

18 Marcial Romero, CP-241550. Avenida, Salinas I - Santa Elena-Ecuador.

1047 Avenida La Raza -Santa Ana, Cusco-Perú.

Boulevard de la Liberté, Immeuble Kassap, CP-5963.Akwa- Douala-Camerún.

Avenida Suroeste, San Sebastian - León-Nicaragua.

31Kinshasa 6593- Republique Démocratique du Congo.

Avenida San Quentin, R 1-17 Miralvalle - San Salvador-El Salvador.

16 kilómetros, carretera estadounidense, casa Terra Alta, D7 Mixco Zona 1-Guatemala.

105 Alberdi Rivarola Capitán, CP-2060. Luque City- Paraguay.

69 Calle Distrito YongHe, Zhongxin. Taipei-Taiwán.

43 Calle # 30 -90 B. El Triunfo CP.50001. Bogotá-Colombia.





ISBN 978-607-8948-08-6



[www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org)