

**Universidad de Guadalajara
Centro Universitario de los Lagos**



**"Análisis y Modelado de Parámetros Biocinéticos de Lodos Activados
Provenientes de la Planta Municipal de Tratamiento de Aguas
Residuales de Lagos de Moreno"**

Tesis para obtener el Título de Ingeniero Bioquímico

Presenta:
Luis David Rodríguez Centeno

Director de Tesis:
M. en C. Gabriela Camarillo Martínez

Lagos de Moreno, Jal. 6 de diciembre de 2023

Dedicatoria

Agradecimientos

Quiero agradecer al personal presente en el laboratorio de bioquímica del Centro Universitario de los Lagos, pero en especial a la Mtra. Gabriela Camarillo por apoyarme con el espacio para la instalación de los reactores, así como el apoyo económico para la compra de los diversos materiales y reactivos necesarios durante la realización del presente proyecto.

También quiero agradecer de antemano al encargado de Agua Potable y Obras Públicas del H. Ayuntamiento de Lagos de Moreno, quien me facilitó el acceso a la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales Municipal con el fin de obtener los lodos activados que sirvieron de inóculo para la puesta en marcha de los reactores.

Por último quiero agradecer a mi tío Tobías Centeno, que fue la persona que me acercó con el encargado de la dependencia correspondiente para pedir los lodos activados y el acceso a la PTAR del municipio.

Índice

Índice de figuras	i
Índice de cuadros	ii
Resumen	iii
Abstract	iv
I Introducción	1
II Antecedentes	2
2.1 Aguas residuales	2
2.1.1 Aguas residuales domésticas	3
2.1.2 Aguas residuales municipales	4
2.1.3 Aguas residuales industriales	5
2.1.4 Aguas residuales agropecuarias o agroindustriales	6
2.1.5 Aguas residuales de origen minero-metalúrgico	7
2.1.6 Aguas pluviales	7
2.2 Características de las aguas residuales	7
2.3 Características Físicas	7
2.3.1 Sólidos	7
2.3.2 Temperatura	8
2.3.3 Color	8
2.3.4 Olor	8
2.4 Características Químicas	8
2.4.1 Orgánicos	8
2.4.2 Inorgánicos	9
2.4.3 Gases	9
2.5 Características Biológicas	9
2.6 Muestreo	9
2.7 Límites máximos permisibles	9
2.8 Tratamiento de aguas residuales	9
2.8.1 Tratamientos biológicos	9
2.8.2 Procesos biológicos de cultivo en suspensión	9

2.8.3	Procesos biológicos de soporte sólido	9
2.9	Lodos Activados	9
2.9.1	Flóculos	10
2.9.2	Bulking filamentoso	10
2.10	Modelos matemáticos en el proceso de lodos activados	10
2.10.1	Modelo de Monod	10
2.10.2	Modelo de Arrhenius	10
2.11	Planta tratadora de aguas residuales municipal de Lagos de Moreno	10
2.12	MATLAB®	10
III	Planteamiento del problema	11
IV	Justificación	12
V	Objetivos	13
5.1	Objetivo general	13
5.2	Objetivos particulares	13
VI	Materiales	14
VII	Resultados	15
VIII	Discusión	16
IX	Conclusiones	17
X	Perspectivas	18
	Referencias	19
	Anexos	I
	Siglas	XXII
	Glosario	XXIII

Índice de figuras

1	Rutas de uso y disposición del agua para actividad humana	2
2	Caudal de aguas residuales de tipo municipal generadas comparado al caudal de aguas que reciben algún tratamiento	5
3	Caudal de aguas residuales de tipo industrial generadas comparado al caudal de aguas que reciben algún tratamiento	6

Índice de cuadros

1	Caudales habituales de agua residual de origen residencial descargada a los sistemas de recolección.	4
2	Comparación de valores obtenidos en campo con los límites máximos permisibles	7

Resumen

Abstract

I Introducción

II Antecedentes

2.1 Aguas residuales

Las aguas residuales pueden estar constituidas por diversos constituyentes; dentro de los cuales se destacan los físicos, químicos y biológicos (Crites and Tchobanoglous, 2000). Es importante caracterizar los distintos tipos de aguas residuales antes de comenzar con algún proceso para la remoción de contaminantes.

Tchobanoglous et al. (2004) definen el concepto de aguas residuales como: todas aquellas que, una vez son desechadas por cualquier actividad humana o provenientes de precipitaciones, son vertidas a un sistema de alcantarillado para su posterior tratamiento, o en los casos más comunes, son liberadas directamente en algún cuerpo de agua o sobre una superficie de terreno cualquiera.

Fuente: Adaptado de

Figura 1: Rutas de uso y disposición del agua para actividad humana

Antes de ser vertidas en algún cuerpo de agua o suelo, estas deben ser acondicionadas de acuerdo con los Estándares de Calidad Ambiental (ECA) establecidos por las normativas presentes en cada país. La misión de estas normativas es mantener una estabilidad en los diferentes ecosistemas, así como el de reducir el número de afecciones a la salud de la población en general (Lazcano Carreño, 2016; Martínez Delgadillo, 1999). En el caso de México, la Comisión Nacional del Agua (Conagua) es la institución encargada de garantizar que se cumplan cada uno de los ECAs, así como el desarrollar un sistema de puntos de control y monitoreo según las necesidades propias de cada Región Hidrológico - Administrativa (RHA) (Ortiz Rendón and Cruz Gutiérrez, 2013).

Cabe destacar a este tema que, en la mayoría de países subdesarrollados, la aplicación de estas normativas rara vez se cumplen, resultando en problemas ambientales y de salud graves. La aparición de nuevas industrias locales artesanales y fabricas clandestinas no reguladas provocan un aumento en la cantidad de contaminantes disueltos, entre los cuales, gran parte son metales pesados y/o compuestos de difícil degradación Tchobanoglous et al. (2004). Este problema se exacerba cuando no se cuentan con sistemas de tratamiento para las aguas negras generadas por la población, contaminando las distintas fuentes de agua potable de la cuenca en cuestión.

A consecuencia de dichas problemáticas, en marzo del 2022, el congreso mexicano logro reformar la Norma Oficial Mexicana (NOM) NOM-001-SEMARNAT-1996, resultando la NOM-001-SEMARNAT-2021 (*ver* Sección 2.7); en tal reforma se actualizan los "límites

máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación"(Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT), 2022), así como la especificación de cada una de las normas para la cuantificación de los distintos contaminantes a cuantificar y proporcionar sugerencias referentes a la calendarización, métodos de muestreo y contaminantes a analizar.

Según sea el caso de uso que recibe el agua es como se clasifica, siendo los principales: aguas residuales domésticas, aguas residuales industriales, aguas pluviales, aguas residuales de origen pecuario y agrícola; y por ultimo las aguas residuales de origen minero-metalúrgico.

2.1.1 Aguas residuales domésticas

Esta categoría se encuentra conformada por todo aquel flujo de agua proveniente de los hogares. Entre los principales constituyentes se incluyen heces y orina de la población; desechos de mascotas, residuos orgánicos producidos por actividades culinarias, desechos de lavandería.

Crites and Tchobanoglous (2000) las describen como las provenientes de zonas residenciales, comercios, instituciones y espacios recreativos. Algunos de los caudales de descarga típicos se muestran en el cuadro 1. También resulta destacable el mencionar que estos caudales pueden llegar a variar con respecto a la época del año y las condiciones climáticas.

Debido a esta naturaleza cambiante, Fair et al. (2008) sugieren que se cuente con planes de muestreo y análisis de las aguas residuales que son vertidas a los sistemas de alcantarillado, esto con la intención de establecer objetivos de control específicos acordes a las condiciones particulares de cada población. Como ejemplo práctico tenemos una comparativa entre Lagos de Moreno, con una población de 172403 habitantes contra una ciudad como Guadalajara, donde la población alcanza la cifra de 1.38 millones de personas (INEGI, nd). Mientras que en Lagos de Moreno apenas y se alcanza una décima parte de la población de Guadalajara, la cantidad de industrias locales no llega a alcanzar un punto de comparación, tanto en el rubro(siendo en Lagos el principal rubro el de alimentación, producción agropecuaria y en menor medida la manufactura de piezas automotrices; mientras que en el caso de Guadalajara se destaca la producción automotriz, la manufactura de componentes eléctrico-electrónicos, cadena de suministro, y en ultimo lugar la producción de alimentos y bebidas), como en la carga laboral (Eunice, 2022; Gobierno de Jalisco, nd).

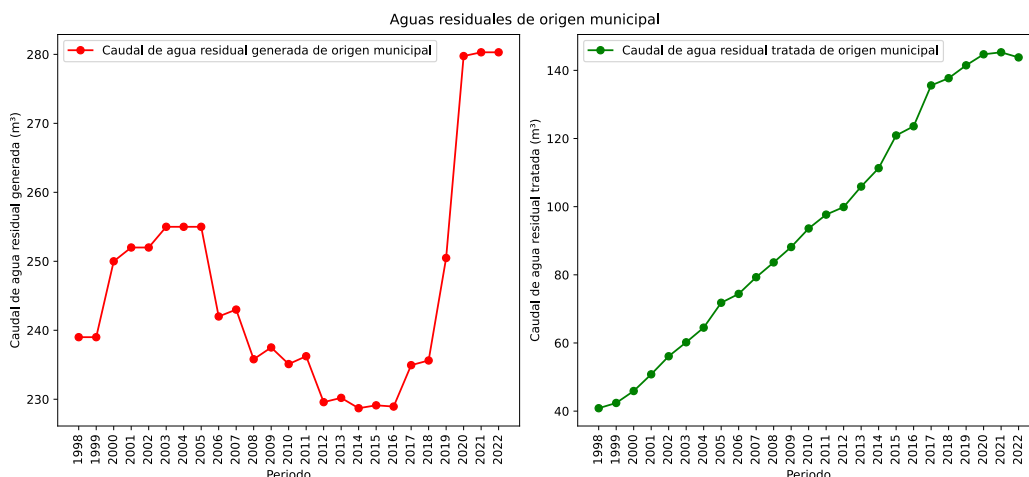
Cuadro 1: Caudales habituales de agua residual de origen residencial descargada a los sistemas de recolección.

Fuente	Unidad	Caudal, L/unidad·d	
		Intervalo	Valor habitual
Apartamento			
Nivel alto	Persona	130–280	190
Nivel medio	Persona	190–300	250
Hotel	Huesped	110–210	170
Residencia individual			
Vivienda nueva	Persona	170–340	170
Vivienda vieja	Persona	110–190	150
Casa de veraneo	Persona	100–190	150
Motel			
Con cocina	Unidad	340–680	380
Sin cocina	Unidad	280–570	360
Zona de campamento	Persona	110–190	150

Fuente: Crites and Tchobanoglous (2000), cuadro 4.1 p.170.

2.1.2 Aguas residuales municipales

Este tipo de aguas provienen de la mezcla de los efluentes domésticos, de las distintas actividades realizadas en las áreas urbanas (oficinas, tiendas, centros comerciales, restaurantes, actividades recreativas, etc.) y de las pequeñas industrias locales, las cuales aumentan la cantidad de contaminantes y sustancias indeseadas que dificultan su tratamiento mediante sistemas convencionales aplicados a pequeñas comunidades (Lazcano Carreño, 2016).



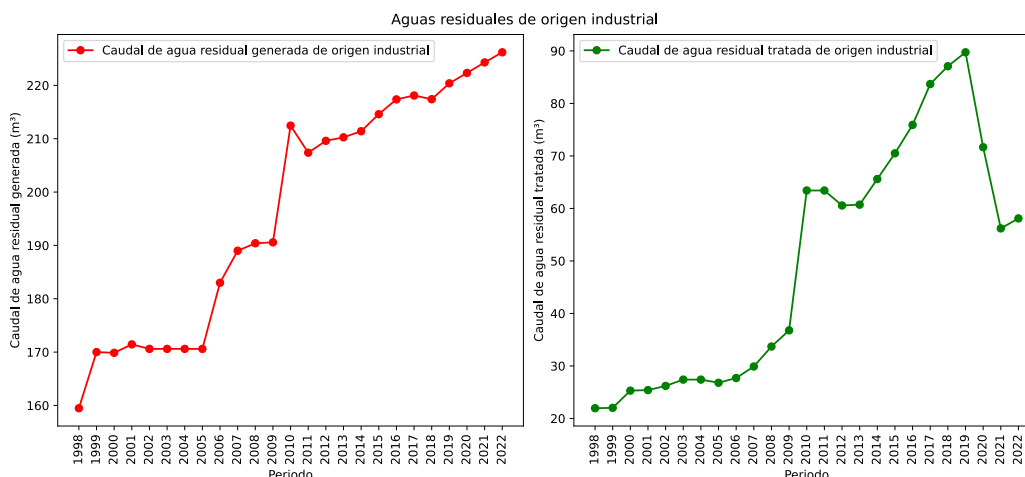
Fuente: INEGI (nd)

Figura 2: Caudal de aguas residuales de tipo municipal generadas comparado al caudal de aguas que reciben algún tratamiento

2.1.3 Aguas residuales industriales

Este tipo de aguas provienen de las grandes industrias, a diferencia de las anteriores, estas se caracterizan por estar fuera de las zonas pobladas y debido a su alto contenido en partículas recalcitrantes, estas deben de recibir un tratamiento previo a ser vertidas a los sistemas de alcantarillado público. generalmente cuentan con un número elevado de metales pesados, pH extremo, altos niveles de materia orgánica, solventes y sustancias tóxicas (Lazcano Carreño, 2016).

La cantidad y composición de las diferentes sustancias contaminantes se ven relacionadas al tipo de proceso que se realiza, así como a la disposición que cada industria toma respecto al tratamiento de sus residuos (Hanchang, 2009).



Fuente: INEGI (nd)

Figura 3: Caudal de aguas residuales de tipo industrial generadas comparado al caudal de aguas que reciben algún tratamiento

2.1.4 Aguas residuales agropecuarias o agroindustriales

Son todos aquellos flujos de agua provenientes de cualquier actividad agrícola y pecuaria. Se encuentran constituidas por una gran cantidad de materia orgánica proveniente del estiércol y purines de los animales, residuos derivados del uso de pesticidas, fertilizantes y residuos farmacéuticos de uso veterinario (Lazcano Carreño, 2016).

Zambrano et al. (2009) destacan que este tipo de aguas residuales difieren según la forma en la que se tiene el ganado, la forma en que son eliminados los residuos y el estado en el que se encuentran estos. Al tener al ganado disperso en libre pastoreo, el riesgo de contaminación aumenta, ya que se depende de las condiciones hidrológicas del terreno para la dispersión de las excretas del ganado, contaminando así de manera difusa la cuenca en donde se encuentra la explotación y las cuencas aledañas por medio del arrastre de los contaminantes a través de escorrentías superficiales durante el temporal de lluvias. El tipo de residuos generados por las actividades pecuarias resultan similares a los del tipo doméstico, diferenciándose de los últimos en el volumen de agua con el que son desechados; generando como resultado directo la elevada carga de materia orgánica y sólidos en suspensión.

Cuadro 2: Comparación de valores obtenidos en campo con los límites máximos permisibles

Indicador	Valores <i>in-situ</i>	Límites máximos permisibles ¹
pH	7.2	6.5–8.5
DBO5 (mg/L)	335	30
DQO (mg/L)	733	70
Conductividad eléctrica (S/cm)	1100	1400
Sólidos Suspendidos (mg/L)	10.5	1
Nitrógeno total (mg/L)	42.9	5
Fósforo total (mg/L)	9.17	2

Fuente:

2.1.5 Aguas residuales de origen minero-metalúrgico

Los efluentes provenientes de la actividad minera son considerados los más tóxicos debido a su alto contenido en metales pesados como el plomo, mercurio, cadmio y zinc; además de metaloides antimonio y el arsénico. En países donde la mayor parte de las regulaciones son ignoradas o no son tan estrictas, la cantidad de estos elementos tóxicos supera con creces los límites máximos permitidos, dificultando aún más el tratamiento por medios convencionales. Debido a su alto número en compuestos abióticos, es necesario que este tipo de afluentes reciban un tratamiento anterior a la entrada de cualquier sistema de tratamiento biológico (Lazcano Carreño, 2016).

2.1.6 Aguas pluviales

Aquellas aguas provenientes de las precipitaciones que terminan en las alcantarillas logran disminuir la carga orgánica que hay en el desagüe, sin embargo, el cambio en las concentraciones produce variaciones en las características fisicoquímicas del agua. Otro aspecto que se debe tomar en cuenta al momento de diseñar un sistema de alcantarillado y de tratamiento es el aumento en los caudales durante el temporal de lluvia (Lazcano Carreño, 2016).

2.2 Características de las aguas residuales

El

2.3 Características Físicas

2.3.1 Sólidos

Uno de los principales componentes físicos presentes en las aguas residuales son los materiales sólidos dispersos por todo el afluente. El tamaño de estas partículas puede

variar desde cabellos hasta materiales coloidales. La clasificación de los distintos sólidos se realiza tomando en cuenta el estado y la naturaleza de los componentes de la muestra a analizar; entre los que se identifican:

a. **Sólidos totales (ST)**

Se definen como los residuos que quedan después de que la muestra ha sido evaporada y secada a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 24 horas en un horno de calor seco (Secretaría de Economía, 2015)

b. **Sólidos Sedimentables (SD)**

c. **Sólidos Totales Volátiles (STV)**

Cantidad de materia orgánica e inorgánica que se volatiliza por efecto de la calcinación a $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Secretaría de Economía, 2015).

d. **Sólidos Disueltos Totales (SDT)**

Es el material soluble constituido por materia orgánica e inorgánica que permanece como residuo después de evaporar y secar una muestra previamente filtrada a través de un filtro de fibra de vidrio con poro de $1.5\text{ }\mu\text{m}$ a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Secretaría de Economía, 2015).

e. **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 $1.5\text{ }\mu\text{m}$ secado y llevado a masa constante a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Secretaría de Economía, 2015).

f. **Sólidos Suspendidos Volátiles (SSV)**

Son aquellos sólidos suspendidos que se volatilizan en la calcinación a $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Secretaría de Economía, 2015).

2.3.2 Temperatura

2.3.3 Color

2.3.4 Olor

2.4 Características Químicas

2.4.1 Orgánicos

a.

2.4.2 Inorgánicos

a.

2.4.3 Gases

a.

2.5 Características Biológicas

2.6 Muestreo

2.7 Límites máximos permisibles

2.8 Tratamiento de aguas residuales

2.8.1 Tratamientos biológicos

El uso de organismos vivos con el fin de reducir la cantidad de materia orgánica presente en las aguas negras se remonta a finales del siglo XIX y principios del XX en Inglaterra como resultado de varias observaciones en las denominadas *granjas de aguas negras*, en donde las aguas negras provenientes de las urbanizaciones eran filtradas por medio de filtros de arena, escombros, pizarra, ladrillos, entre otros materiales pétreos porosos. Gracias a las características de estos lechos, pronto permitieron el crecimiento de varias comunidades microbianas capaces de alimentarse de la materia orgánica disuelta en las aguas residuales, reduciendo el número de contaminantes a niveles más aceptables (Fair et al., 2008)

A consecuencia de el desarrollo de las grandes ciudades, el uso de sistemas biológicos fue adquiriendo más usos a parte de la remoción de materia orgánica. Entre estos nuevos usos se destacan la nitrificación de aguas con alto contenido de nitrógeno amoniacal, la desnitrificación

2.8.2 Procesos biológicos de cultivo en suspensión

2.8.3 Procesos biológicos de soporte sólido

2.9 Lodos Activados

Dentro de los procesos basados en cultivo de microorganismos en suspensión, uno de los más importantes, y a su vez mas utilizados, es el que involucra la utilización de lodos activados como agentes reductores de la carga orgánica presente en el afluente a tratar.

2.9.1 Flóculos

2.9.2 Bulking filamentoso

2.10 Modelos matemáticos en el proceso de lodos activados

2.10.1 Modelo de Monod

2.10.2 Modelo de Arrhenius

2.11 Planta tratadora de aguas residuales municipal de Lagos de Moreno

2.12 MATLAB®

III Planteamiento del problema

IV Justificación

V Objetivos

5.1 Objetivo general

Establecer los parámetros cinéticos de crecimiento, degradación de sustrato, producción de biomasa y consumo de oxígeno óptimos para la remoción de contaminantes que permiten el diseño de sistemas más eficientes y la reducción de los costos de operación, empleando distintas fuentes de alimentación (aguas sintéticas y aguas crudas) a escala de laboratorio utilizando lodos activados.

5.2 Objetivos particulares

1. Calcular las constantes de crecimiento microbiano de manera experimental de lodos provenientes de una planta de tratamiento en función
2. Comparar las diferencias que se generan empleando agua residual de constituyentes conocidos frente a un afluente real.
3. Simular el proceso de remoción de contaminantes utilizando las herramientas presentes en el programa MATLAB® y las constantes que se generan en el proceso.

VI Materiales

VII Resultados

VIII Discusión

IX Conclusiones

X Perspectivas

Referencias

- Crites, R. and Tchobanoglous, G. (2000). *Tratamiento de aguas residuales en pequeñas poblaciones*. McGraw-Hill Interamericana, S.A., 1a edition.
- Eunice, P. (2022). Guadalajara: la ciudad con mayor crecimiento industrial del bajo. *Mexico Industry*. Disponible en: <https://mexicoindustry.com/noticia/guadalajara-la-ciudad-con-mayor-crecimiento-industrial-del-bajo->.
- Fair, G. M., Geyer, J. C., and Okun, D. A. (2008). *Purificación de aguas y tratamiento y remoción de aguas residuales*, volume 2. Limusa, México, 4a edition.
- Gobierno de Jalisco (n.d.). Lagos de Moreno. *Municipios de Jalisco*.
- Hanchang, S. (2009). Industrial wastewater-types, amounts and effects. *Point sources of pollution: Local effects and their control*, 2. Disponible en: https://books.google.com.mx/books?hl=es&lr=&id=dq2kCwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA191&dq=industrial+wastewater&ots=4u-1QIXVDy&sig=LuS6kXBqh5CQn3A9yYQCozcckLA&redir_esc=y#v=onepage&q=industrial%20wastewater&f=false.
- INEGI (n.d.). Número de habitantes. Jalisco. *Cuentame*. Disponible en: <https://cuentame.inegi.org.mx/monografias/informacion/jal/poblacion/>.
- Lazcano Carreño, C. A. (2016). *Biotecnología ambiental de aguas y aguas residuales*. Ecoe Ediciones, 2da edition.
- Martínez Delgadillo, S. A. (1999). *Parámetros de diseños de sistemas de tratamiento de aguas residuales: métodos experimentales*. Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco, División de Ciencias Básicas e Ingeniería, Departamento de Energía, 1a edition.
- Ortiz Rendón, G. and Cruz Gutiérrez, F. (2013). *Legislación y cultura del agua. Conceptos básicos de administración y legislación del agua en México*. Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.
- Secretaría de Economía (2015). *Norma Mexicana NMX-AA-034-SCFI-2015 - Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y tratadas*. Gobierno de México. Disponible en: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166146/nmx-aa-034-scfi-2015.pdf>.

- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT) (2022). *Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021*. Disponible en: <https://agua.org.mx/wp-content/uploads/2022/03/DOF-NOM-001-SEMARNAT-2021.pdf>.
- Tchobanoglous, G., Burton, F. L., and Stensel, H. D. (2004). *Wastewater Engineering: Treatment & Reuse*. McGraw-Hill Series in Civil and Environmental Engineering. McGraw-Hill, 4ta edition.
- Zambrano, X., Saltos, X., and Villamar, F. (2009). Diseño del sistema de tratamiento para la depuración de las aguas residuales domésticas de la población San Eloy en la provincia de Manabí por medio de un sistema de tratamiento natural compuesto por un humedal artificial de flujo libre. *Escuela Superior Politécnica del Litoral*. Tesis de grado. Disponible en: <http://www.dspace.espol.edu.ec/handle/123456789/6087>.

Anexos

Prueba de pH Norma Mexicana NMX-AA-008-SCFI-2000



NORMA MEXICANA

NMX-AA-008-SCFI-2016

ANÁLISIS DE AGUA.- MEDICIÓN DEL pH EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.- MÉTODO DE PRUEBA- (CANCELA A LA NMX-AA-008- SCFI-2011).

WATER ANALYSIS.-MEASUREMENT OF pH IN NATURAL
WATERS, WASTEWATERS AND TREATED WASTEWATERS.-
TEST METHOD

Procedimiento

1. Preparación

- 1.1. Para asegurar la buena funcionalidad del electrodo de pH, se debe realizar el mantenimiento, limpieza y verificación periódica, de acuerdo a las instrucciones del fabricante y a lo establecido por el propio laboratorio, todo lo anterior debe quedar documentado.
- 1.2. 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 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, de la muestra problema.
- 1.3. La selección de las disoluciones patrón de referencia indicadas en el párrafo anterior, 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.
- 1.4. En caso de que el equipo cuente con compensador de temperatura, verifique que este se encuentre activado, en equipos que cuenten con intervalo permisible de la pendiente, asegúrese que esta sea de al menos 95 % de la pendiente teórica, a menos que el fabricante del equipo especifique otro valor.
- 1.5. En caso de que el equipo no cuente con esta función, deberá realizar el cálculo de la pendiente una vez que se haya calibrado el equipo para asegurarse que cumpla con lo anterior.
- 1.6. 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.

2. Calibración analítica

- 2.1. Lea cuidadosamente el manual del equipo, ya que parámetros como la compensación de temperatura, el reconocimiento automático de disoluciones patrón de calibración, estabilidad de las lecturas, intervalos permisibles de la pendiente, pueden influir adversamente en la calibración e incluso dar lugar a errores sistemáticos.
- 2.2. 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.
- 2.3. 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.

- 2.4. 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 (véase 6.1), 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.
- 2.5. 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.
- 2.6. 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 (véase 6.1), 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.
- 2.7. 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).
- 2.8. 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.
- 2.9. El procedimiento de calibración con patrones de referencia y verificación de patrones control (muestra control) descrito anteriormente, es necesario que se realice en el laboratorio antes de salir a campo y en el primer punto de muestreo en campo de cada día de trabajo o antes de analizar un lote de muestras en el laboratorio por día.
- 2.10. Para los siguientes puntos de muestreo es posible no realizar la calibración, siempre y cuando se mantenga el mismo intervalo de trabajo con el que fue calibrado previamente el equipo, y se verifique con la disolución patrón de trabajo (muestra control) cumpliendo con los criterios de aceptación y rechazo establecidos por el propio laboratorio.

Si hay varios sitios de muestreo cercanos y el equipo no se desplaza de uno a otro, es posible verificarlo solo una vez como se indica en 2.10.

NOTA 1. Entiéndase por calibración o calibración analítica, al ajuste que se hace al equipo, mediante la comparación con patrones de referencia.

3. Medición de las muestras

- 3.1. 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 como se menciona en el Capítulo 8 y realizar las mediciones sobre esta alícuota.

MUESTREO (Referencia al capítulo 8): 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.

- 3.2. 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.
- 3.3. 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.
- 3.4. 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.

Prueba de Sólidos Norma Mexicana NMX-AA-034-SCFI-2015



NORMA MEXICANA

NMX-AA-034-SCFI-2015

ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN DE SÓLIDOS Y SALES DISUELTAS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-034-SCFI-2001).

WATER ANALYSIS – MEASUREMENT OF SALTS AND SOLIDS
DISSOLVED IN NATURAL WATER, WASTEWATERS AND
TREATED WASTEWATERS - TEST METHOD

Procedimiento

1. Preparación de cápsulas

1.1. Introducir las cápsulas al horno a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 20 minutos 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 minutos como mínimo. Después de este tiempo transferirlas al horno.

1.2. Trasladar la cápsula al desecador y dejar enfriar por 20 minutos como mínimo.

NOTA 1. El manejo de la cápsula durante el análisis, debe realizarse en todo momento con las pinzas.

1.3. Pesar las cápsulas y repetir el ciclo horno-dsecador (véase 1.1 y 2.2) hasta obtener una diferencia $\leq 0,0005\text{ g}$ en dos pesadas consecutivas. Registrar como m_1 considerando para los cálculos el último valor de la masa.

2. Preparación del dispositivo de filtración y/o soportes de secado.

2.1. Utilizar filtro de fibra de vidrio que adapte al dispositivo de filtración y/o secado y/o charola de aluminio, con la ayuda de unas pinzas colocarlo con la cara rugosa hacia arriba en el dispositivo de secado y/o filtración.

NOTA 2. Mojar el filtro con agua para asegurar que se adhiera perfectamente, solo en caso de utilizar crisol Gooch.

2.2. El soporte de secado con el filtro se introduce al horno a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 20 minutos como mínimo, después de este tiempo transferirlo a un desecador.

2.3. Pesar el dispositivo de filtración y/o soportes de secado y repetir el ciclo horno-dsecador (véase 2.2) hasta obtener una diferencia $\leq 0,0005\text{ g}$ en dos pesadas consecutivas. Registrar como m_2 , considerando para los cálculos el último valor de la masa.

3. Preparación de la muestra

3.1. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al realizar el análisis. Agitar las muestras para asegurar la homogenización.

4. Medición de sólidos totales (ST) y sólidos volátiles (STV).

4.1. Medición de sólidos totales (ST)

4.1.1. Se recomienda seleccionar el volumen de muestra de tal manera que el residuo seco sobre la cápsula se encuentre en un intervalo de masa de 2.5 mg a 200 mg.

4.1.2. Transferir la muestra a la cápsula previamente puesta a masa constante (véase 1.3) y evaporar a sequedad en el horno de secado a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

- 4.1.3. En caso de utilizar 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 una hora.
- 4.1.4. Trasladar la cápsula al desecador y dejar enfriar por 20 minutos como mínimo. Llevar la cápsula a masa constante repitiendo el ciclo horno-desecador (véase 1.1 y 1.2), hasta obtener una diferencia $\leq 0,0005\text{ g}$ en dos pesadas consecutivas.
- 4.1.5. Registrar como m_3 , la última masa obtenida.

4.2. Medición de sólidos totales volátiles (STV)

- 4.2.1. Introducir la cápsula conteniendo el residuo (véase 4.1.1) a la mufla a $550\text{ }^{\circ}\text{C} \leq 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos a 20 minutos, transferir la cápsula al horno a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 20 minutos como mínimo. Trasladar la cápsula siguiendo el punto 9.4.1.4, y registre el valor como m_4 .

5. Sólidos disueltos totales(SDT)

- 5.1. Para la medición de los sólidos disueltos totales proceda con los cálculos; si no se poseen tales datos, pasar al punto 5.2.
- 5.2. En la cápsula llevada previamente a masa constante m_1 , 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 (véase 1) 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.

Introducir al horno a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ la cápsula con la muestra, durante al menos 1 hora. Pasar la cápsula al desecador para llevar a masa constante (véase 4.1.4). Registrar como m_5 .

NOTA 3. Si al cabo de 1 h aún se observa humedad o líquido en la cápsula, continuar secando en el horno.

6. Medición de sólidos suspendidos totales (SST) y Medición de sólidos suspendidos volátiles (SSV)

6.1. Medición de sólidos suspendidos volátiles (SST)

- 6.1.1. Se recomienda seleccionar el volumen de muestra de acuerdo a las características de esta.
- 6.1.2. Homogeneizar la muestra mediante agitación vigorosa del envase, transferir de forma inmediata y en un solo paso un volumen adecuado de muestra a una probeta.
- 6.1.3. Filtrar la muestra:
 - a) A través del filtro colocado en el crisol Gooch (véase 2) o
 - b) A través del filtro que es tomado de la charola de aluminio y colocado en el equipo de filtración con ayuda de unas pinzas (véase 2).

Enjuagar la probeta con el volumen suficiente para arrastrar los sólidos y verter en el filtro.

NOTA 4. Algunos tipos de agua contienen materiales que bloquean los poros del filtro o reducen su diámetro. Esto incrementa el tiempo de filtrado y los resultados se relacionan en función del volumen de la muestra. Si se observa tal bloqueo del filtro, deberá repetirse la medición con menor volumen. Los resultados deberán interpretarse considerando lo anterior.

6.1.4. Introducir el soporte de secado con el filtro al horno a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 1 h como mínimo, en caso de usar un soporte de secado diferente al crisol Gooch retirar con cuidado el filtro del equipo de filtrado usando pinzas. Posteriormente llevar a masa constante véase 4.1.4 y registrar como m_6 la masa obtenida.

6.2. Medición de sólidos suspendidos volátiles (SSV)

6.2.1. Introducir el soporte de secado con el filtro que contiene el residuo m_6 a la mufla a una temperatura de $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 min a 20 min.

6.2.2. Trasladar el soporte de secado con el filtro al horno a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 20 min como mínimo.

6.2.3. Transferir el soporte de secado con el filtro al desecador y llevar a masa constante (véase 4.1.4.) Registrar como m_7 .

Demanda Bioquímica de Oxígeno Norma Mexicana NMX-AA-028-SCFI-2001

NMX-AA-028-SCFI-2001

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA
BIOQUÍMICA DE OXÍGENO EN AGUAS NATURALES,
RESIDUALES (DBO₅) Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE
PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-028-1981)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF THE BIOCHEMICAL
OXYGEN DEMAND IN NATURAL, WASTEWATERS (BOD₅) AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**

Procedimiento

1. Preparación del agua para dilución

- 1.1. Colocar el volumen requerido de agua en un frasco y añadir por cada litro de agua 1 mL de cada una de las siguientes disoluciones: 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.
- 1.2. Analizar y almacenar el agua de dilución como se describe en los incisos 2 y 3, de tal forma que siempre tenga a mano agua de calidad garantizada. Antes de usar el agua de dilución debe ponerse a una temperatura aproximada de 20 °C. Saturar con oxígeno aireando con aire filtrado, libre de materia orgánica durante 1 h por lo menos.

NOTA 1. 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.

NOTA 2. Si se requiere, sembrar el agua de dilución como se indica en el inciso 10.4.1.

2. Control del agua de dilución

- 2.1. 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 mejorando la purificación o usar agua de otra fuente. Alternativamente 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 DBO₅ 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.

3. Control de la glucosa-ácido glutámico

- 3.1. Comprobar en cada lote analítico la calidad del agua de dilución, la efectividad del inóculo y la técnica analítica mediante determinaciones de la DBO₅ 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 DBO₅, utilizar este compuesto en lugar de la glucosa-ácido glutámico. Determinar la DBO₅ de una disolución al 2 % de la disolución de control patrón de glucosa-ácido glutámico utilizando las técnicas expuestas en los incisos 4 a 10.

4. Inóculo

4.1. Fuente de siembra

- 4.1.1. 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).
- 4.1.2. 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 DBO_5 . El incremento del valor de la DBO_5 indica una siembra exitosa.

5. Control del inóculo

- 5.1. Determinar la DBO_5 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 diluciones 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 (ver 8). 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.

6. Pretratamiento de la muestra

6.1. Muestras con pH ácidos o básicos

- 6.1.1. 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.

6.2. Muestras que contienen cloro residual

- 6.2.1. 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 (ver inciso 4). 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.

- 6.2.2. Determinar el volumen requerido de disolución de sulfito de sodio cuantificando el cloro residual total. 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.

NOTA 3. La determinación de cloro residual se realiza de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-100

6.3. Muestras sobresaturadas con OD

- 6.3.1. 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.

- 6.4. Ajustar la temperatura de la muestra a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ antes de hacer diluciones.

6.5. Inhibición de la nitrificación

- 6.5.1. 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.
- 6.5.2. 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.

7. Técnica de dilución

- 7.1. 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 DBO_5 y sirve como una guía para seleccionar las diluciones. En ausencia de datos previos, utilizar las siguientes diluciones: de 0 % a 1 % para los residuos industriales fuertes, de 1 % a 5 % para las aguas residuales sedimentadas y crudas, del 5 % al 25 % para el efluente tratado biológicamente y del 25 % al 100 % para las aguas superficiales contaminadas.
- 7.2. Diluciones preparadas directamente en frascos tipo Winkler. 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. No realizar diluciones mayores de 1:300 (1 mL de la muestra en un frasco). Determinar el OD inicial en uno de los frascos de cada una de las diferentes diluciones. En los frascos de los duplicados de cada una de las diluciones, Ajustar herméticamente el tapón, poner un sello hidráulico y la contratapa e incubar durante 5 días a 20 °C.

8. Determinación del OD inicial

8.1. Método yodométrico

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

8.2. Método electrométrico

- 8.2.1. La determinación del OD inicial se realiza por medio del método electrométrico con electrodo de membrana, de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-012-SCFI. Los aceites, grasas o cualquier sustancia que se adhiera a la membrana puede ser causa de baja respuesta en el electrodo.

9. Blanco del agua de dilución.

- 9.1. Emplear un blanco del agua de dilución como un control aproximado de la calidad del agua de dilución no sembrada y de la limpieza de los frascos de incubación. Junto con cada lote de muestras, incubar un frasco de agua de dilución no sembrada. Determinar el OD inicial y final como se especifica en los incisos 7 y 10. El consumo de OD no debe ser mayor de 0,2 mg/L y preferentemente no menor a 0,1 mg/L.

10. Incubación

- 10.1. Incubar a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ las botellas de DBO_5 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.

11. Determinación del OD final

- 11.1. Después de 5 días de incubación determinar el OD en las diluciones de la muestra, en los controles 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.

Medición de nitrógeno total Kjeldahl Norma Mexicana NMX-AA-026-SCFI-2010

NORMA MEXICANA

NMX-AA-026-SCFI-2010

**ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN DE NITRÓGENO TOTAL
KJELDAHL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA -
(CANCELA A LA NMX-AA-026-SCFI-2001).**

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

Procedimiento

1. Selección del volumen de muestra, véase el cuadro 1

Cuadro 1:

Concentración de masa de nitrógeno orgánico en la muestra mg/L	Tamaño de la muestra mL
4 – 40	50
8 – 80	25
20 – 200	10
40 – 400	5

2. Remoción del nitrógeno amoniacal

- 2.1. En un recipiente de 100 mL colocar 50 mL de muestra o una alícuota apropiada diluida a 50 mL con agua. Añadir 3 mL del buffer de boratos y ajustar el pH a 9,5 con la disolución de hidróxido de sodio 6 mol/L.
- 2.2. Cuantitativamente transferir la disolución obtenida en 2.1, a un matraz Kjeldahl de 100 mL. Colocar el matraz en el equipo micro Kjeldahl y permitir que se evaporen aproximadamente 30 mL, en este momento iniciar la destilación como se indica en 4.
- 2.3. En caso de no requerir la concentración de masa del Nitrógeno amoniacal, proceder como se indica en 3.

3. Digestión

- 3.1. Cuidadosamente añadir 10 mL de reactivo de digestión al matraz Kjeldahl que contiene la muestra. Añadir algunas perlas de ebullición y colocarlo en el equipo de digestión.
- 3.2. Calentar la disolución obtenida en 3.1 hasta que se vuelva transparente y se observe la formación abundante de humos ligeramente verdes.
- 3.3. Aumentar el calentamiento al máximo permitido por el equipo y digerir por 30 min más.
- 3.4. Cuantitativamente transferir el contenido del matraz Kjeldahl al equipo de destilación, cuidando que el volumen total transferido no exceda de 30 mL.
- 3.5. Añadir 10 mL de la disolución hidróxido-tiosulfato de sodio y colocar en el destilador, proseguir como se indica en 4.

4. Destilación

- 4.1. Regular la velocidad de destilación para prevenir pérdidas.
- 4.2. Conectar el matraz Kjeldahl al condensador, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29 °C).
- 4.3. Recolectar el condensado en un recipiente que contenga 10 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.
- 4.4. Retirar el matraz colector y titular con disolución de ácido sulfúrico 0,05 mol/L hasta que el indicador en la disolución vire de verde esmeralda a morado. Registrar el volumen gastado de ácido como volumen C.
- 4.5. Permitir que continúe la destilación por 1 min o 2 min más para que el sistema se limpie.

Demanda Química de Oxígeno Norma Mexicana NMX-AA-030/2-SCFI-2011

NORMA MEXICANA

NMX-AA-030/ 2-SCFI-2011

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA
QUÍMICA DE OXÍGENO EN AGUAS NATURALES,
RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE
PRUEBA - PARTE 2 - DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE
LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO - MÉTODO DE
TUBO SELLADO A PEQUEÑA ESCALA**

Procedimiento

1. Etapa de digestión

- 1.1. Inspeccione con cuidado todos los tubos nuevos sellados de digestión para ver si tienen algún defecto. Verificar si la disolución en el tubo muestra alguna traza de color verde; si es así, rechace el tubo.
- 1.2. El método es adecuado para concentraciones de masa de cloruro de hasta 1000 mg/L. En el Apéndice informativo F se proporciona un método para verificar la concentración de masa de cloruro. Se recomienda a los usuarios verificar la máxima concentración de masa de cloruro aceptable para su sistema, por ejemplo fortificando con ión cloruro (NaCl) una disolución de referencia certificada (donde aplique) de una concentración de masa (DQO-TS) de 20 mg/L (ftalato ácido de potasio).
- 1.3. Encender la placa de calentamiento y precalentar a 150 °C.
- 1.4. Quitar la tapa del tubo de digestión
- 1.5. Agitar vigorosamente y homogenizar la muestra e inmediatamente pipetear 2.00 mL de la muestra en el tubo de digestión. Para cualquier muestra que se prevé que tenga un valor de DQO-TS mayor a 1000 mg/L, pipetear en el tubo de digestión 2.00 mL de una porción de la muestra diluida apropiadamente. Llevar a cabo una determinación de blanco utilizando agua con cada lote de análisis.
- 1.6. Colocar la tapa firmemente y mezclar el contenido invirtiendo suavemente el tubo varias veces.
- 1.7. Limpiar el exterior del tubo con un papel suave.
- 1.8. Colocar el tubo en la placa de calentamiento. Reflujar el contenido a 150 °C durante 2h \pm 10 min.
- 1.9. Retirar los tubos de la placa de calentamiento y dejar enfriar a 60 °C o menos. Mezclar el contenido invirtiendo cuidadosamente cada tubo varias veces mientras permanezcan calientes. Después, dejar enfriar los tubos a temperatura ambiente antes de medir la absorbancia.

2. Detección Espectrofotométrica

- 2.1. Si las muestras digeridas enfriadas son claras (por ejemplo ausencia de cualquier turbiedad visible), medir la absorbancia a 600 nm utilizando el espectrofotómetro. Los resultados obtenidos mediante lectura directa del instrumento o por comparación contra la gráfica de calibración.

NOTA 1. Si el espectrofotómetro o los tubos no son adecuados para medir la absorbancia de la disolución directamente del tubo sellado, es necesario tener precaución de no alterar algún sedimento en el fondo del tubo al transferir algo del contenido a una celda de 10mm de longitud de paso óptico al medir la absorbancia.

- 2.2. Si alguna de las muestras digeridas enfriadas se muestran turbias, centrifugar a (4000 ± 200) G durante (5.0 ± 0.5) min. Si la disolución de digestión ya no es turbia, medir la absorbancia a 600 nm utilizando el espectrofotómetro como se establece en 2.1. Tener precaución al momento de centrifugar los tubos sellados.
- 2.3. Si la disolución después de la etapa de digestión y el tratamiento centrífugo continúa turbia o si la muestra digerida presenta un color atípico, proceda como en 3.
3. Determinación mediante titulación
 - 3.1. Retirar cuidadosamente la tapa del tubo que contenga la muestra digerida. Enjuagar las paredes internas con menos de 1 mL de agua o, en vez de ello, transfírela cuantitativamente a un recipiente adecuado.
 - 3.2. Mientras agita, agregar una gota de la disolución indicadora de ferroina. Si el color de la disolución inmediatamente cambia de azul-verde a naranja-café, el valor de concentración de masa de DQO-TS de la muestra original estará por arriba del intervalo del método. La muestra deberá entonces ser diluida y la digestión, repetida.
 - 3.3. Si el color permanece verde lima, titular la muestra con FAS mientras agita hasta que el color de la muestra cambie drásticamente de azul verdoso a naranja-café. Registrar el volumen de FAS gastado (V_2 mL). Después, titular un blanco digerido utilizando agua en vez de una muestra de prueba y registrar el volumen de FAS gastado (V_1 mL). Transferir la muestra al tubo de digestión. Volver a tapar el tubo y desechar en concordancia con las regulaciones nacionales o locales.

NOTA 2. En el Apéndice informativo E se proporciona un procedimiento de titulación de bajo intervalo (hasta concentración de 150 mg/L).

Demanda Oxígeno Disuelto Norma Mexicana NMX-AA-012-SCFI-2001

NMX-AA-012-SCFI-2001

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE OXÍGENO
DISUELTO EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA
A LA NMX-AA-012-1980)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF DISSOLVED
OXYGEN IN NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS
TREATED - TEST METHOD**

Procedimiento

1. Método electrométrico

Posterior a la calibración del instrumento proceder a hacer la medición de la(s) muestra(s) siguiendo el procedimiento descrito a continuación.

- 1.1. Introducir el electrodo previamente lavado con agua a la muestra.
- 1.2. Agitar uniformemente y leer directamente del instrumento la concentración de oxígeno.

2. Método Yodométrico

- 2.1. Determinación de OD
- 2.2. Para fijar el oxígeno, adicionar a la botella tipo Winkler que contiene la muestra (300 mL), 2 mL de sulfato manganoso.
- 2.3. Agregar 2 mL de la disolución alcalina de yoduro-azida.
- 2.4. Tapar la botella tipo Winkler, agitar vigorosamente y dejar sedimentar el precipitado.
- 2.5. Añadir 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, volver a tapar y mezclar por inversión hasta completa disolución del precipitado.
- 2.6. Titular 100 mL de la muestra con la disolución estándar de tiosulfato de sodio 0.025 M agregando el almidón hasta el final de la titulación, cuando se alcance un color amarillo pálido. Continuar hasta la primera desaparición del color azul.

Acronyms

Conagua Comisión Nacional del Agua. 2

DBO₅ Demanda Bioquímica de Oxígeno. *Glosario:* Demanda Bioquímica de Oxígeno

DQO Demanda Química de Oxígeno. *Glosario:* Demanda Química de Oxígeno

ECA Estándares de Calidad Ambiental. 2, *Glosario:* Estándares de Calidad Ambiental

MO materia orgánica. *Glosario:* materia orgánica

NOM Norma Oficial Mexicana. 2, *Glosario:* Norma Oficial Mexicana

pH Potencial Hidrógeno. *Glosario:* Potencial Hidrógeno

PTAR Planta de Tratamiento de Aguas Residuales. *Glosario:* Planta de Tratamiento de Aguas Residuales

RHA Región Hidrológico - Administrativa. 2, *Glosario:* Región Hidrológico - Administrativa

SST Sólidos Suspendidos Totales. *Glosario:* Sólidos Suspendidos Totales

SSV Sólidos Suspendidos Volátiles. *Glosario:* Sólidos Suspendidos Volátiles

VUO Velocidad de Utilización de Oxígeno. *Glosario:* Velocidad de Utilización de Oxígeno

Glosario

D

Demanda Bioquímica de Oxígeno

Es una estimación de la cantidad de oxígeno que se requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días. XXII

Demanda Química de Oxígeno

La concentración de masa de oxígeno es equivalente a la cantidad de dicromato consumida por la materia disuelta y suspendida, cuando una muestra de agua es tratada con este oxidante bajo condiciones definidas.

1 mol de dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) es equivalente a 3 moles de Oxígeno

. XXII

E

efluente

agua que sale de un recipiente, o un estanque, o una planta de tratamiento o de cualquiera de sus secciones. 4

Estándares de Calidad Ambiental

Instrumento de gestión ambiental que se establece para medir el estado de la calidad del ambiente en el territorio nacional. El ECA establece los niveles de concentración de elementos o sustancias presentes en el ambiente que no representan riesgos para la salud y el ambiente. 2, XXII

M

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 de ≤ 0.0005 g. XXIV

materia orgánica

. XXII

N**Norma Oficial Mexicana**

Son regulaciones técnicas de carácter obligatorio que establecen especificaciones y procedimientos para garantizar que los productos, procesos y servicios cumplan con requisitos mínimos de información, seguridad, calidad, entre otros.. 2, XXII

P**Planta de Tratamiento de Aguas Residuales**

. XXII

Potencial Hidrógeno

El pH se define en términos de la actividad relativa de los iones de hidrógeno en la disolución:

$$pH = -\log a_H = -\log\left(\frac{m_H \gamma_H}{m^0}\right)$$

Donde a_H es la actividad relativa del ión hidrógeno (en base molal); γ_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. XXII

R**Región Hidrológico - Administrativa**

Las RHA están conformadas en función de sus características morfológicas, orográficas e hidrológicas; en ellas se considera a las cuencas hidrológicas como las unidades básicas de gestión de los recursos hídricos.. 2, XXII

S**Sólidos Suspendidos Totales**

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 $1.5 \mu m$ secado y llevado a masa constante a una temperatura de $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$. XXII

Sólidos Suspendidos Volátiles

Son aquellos sólidos suspendidos que se volatilizan en la calcinación a $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50$ $^{\circ}\text{C}$. XXII

V**Velocidad de Utilización de Oxígeno**

. XXII