

**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. 15 de noviembre de 2023

Índice

Índice de figuras	i
Índice de cuadros	ii
Resumen	iii
1 Introducción	1
2 Antecedentes	2
2.1 Aguas residuales	2
2.2 Características de las aguas residuales	4
2.2.1 Características Físicas	4
2.2.2 Características Químicas	5
2.3 Muestreo	5
2.4 Tratamiento de aguas residuales	5
2.4.1 Tratamientos biológicos	5
2.5 Lodos Activados	5
2.5.1 Organismos presentes en los lodos activados	5
2.5.2 Flóculos	5
2.5.3 Bulking filamentoso	5
3 Planteamiento del problema	6
4 Justificación	7
5 Objetivos	8
5.1 Objetivo general	8
5.2 Objetivos particulares	8
6 Materiales	9
7 Resultados	10
8 Discusión	11
9 Conclusiones	12

10 Perspectivas	13
Referencias	14
Anexos	I
Siglas	XXVII
Glosario	XXVIII

Índice de figuras

Índice de cuadros

Resumen

1 Introducción

2 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 y Tchobanoglous, 2000). Es importante caracterizar los distintos tipos de aguas residuales antes de comenzar con algún proceso para la remoción de contaminantes.

Las aguas residuales son 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. 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 último las aguas residuales de origen minero-metalúrgico. 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).

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. (2003). Este problema se exagera 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.

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.

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).

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).

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).

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).

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

2.2.1 Características Físicas

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:

1. 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)

2. Sólidos Sedimentables (SD)

3. 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).

4. 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).

5. 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 μm 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).

6. 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).

2.2.2 Características Químicas

2.3 Muestreo

2.4 Tratamiento de aguas residuales

2.4.1 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 19 y principios del 20 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

Procesos biológicos de cultivo en suspensión

Procesos biológicos de soporte sólido

2.5 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.

2.5.1 Organismos presentes en los lodos activados

2.5.2 Flóculos

2.5.3 Bulking filamentoso

3 Planteamiento del problema

4 Justificación

5 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.

6 Materiales

7 Resultados

8 Discusión

9 Conclusiones

10 Perspectivas

Referencias

- Crites, R. y Tchobanoglous, G. (2000). *Tratamiento de aguas residuales en pequeñas poblaciones*. McGraw-Hill Interamericana, S.A., 1a edición.
- Fair, G. M., Geyer, J. C., y Okun, D. A. (2008). *Purificación de aguas y tratamiento y remoción de aguas residuales*, volumen 2. Limusa, México, 4a edición.
- Lazcano Carreño, C. A. (2016). *Biotecnología ambiental de aguas y aguas residuales*. Ecoe Ediciones, 2da edición.
- 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 edición.
- 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>.
- Tchobanoglous, G., Burton, F. L., y Stensel, H. D. (2003). *Wastewater Engineering Treatment Reuse*. McGraw-Hill Series in Civil and Environmental Engineering. McGraw-Hill, 6ta edición.

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



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

0 INTRODUCCIÓN

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 Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el:

SINEC-20160705110503214

ICS: 13.060.45

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es de aplicación nacional y establece el método de prueba para la medición del 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 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes, o las que las sustituyan:

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

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana, aplican los términos y definiciones contenidos en las normas mexicanas NMX-AA-089/1-SCFI y NMX-AA-089/2-SCFI (véase 2 Referencias) y se establecen las siguientes:

3.1 pH:

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

$$pH = -\log a_H = -\log(m_H \gamma_H / m^0)$$

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.

3.2 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.

3.3 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".

3.4 pHmetro:

Entiéndase equipo medidor de pH.

4 PRINCIPIO

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.

En caso de utilizar equipo con compensador de temperatura, no se requiere reportar la temperatura para cada lectura realizada, simplemente se debe mencionar de acuerdo a lo descrito en el Capítulo 10 de esta norma.

5 INTERFERENCIAS

5.1 La temperatura, algunos gases y materiales orgánicos interfieren con la medición de pH. Materiales suspendidos en la muestra pueden provocar errores significativos (efecto de suspensión). Esperar la sedimentación y sumergir los electrodos en la fracción clara. Cuando se hace la medición en aguas residuales y en aguas superficiales, hay un alto riesgo de manchar los electrodos o de contaminación de las membranas y los diafragmas con aceite, grasa u otros contaminantes. Lavar inmediatamente después de la medición con HCl 1:1 o disolución de limpieza. Cuando sea posible eliminar la mayor cantidad de grasa de la superficie.

5.2 Las desviaciones en las mediciones son causadas por variaciones en las lecturas de pH, especialmente en la membrana, el diafragma y la medición de disolución y los resultados de mediciones incorrectas. Estas desviaciones son más bajas si las calibraciones y mediciones son llevadas a cabo bajo condiciones similares (ejemplo temperatura).

5.3 El envejecimiento y sedimentación (recubrimientos) en la membrana (ejemplo carbonato de calcio, hidróxidos de metales, aceites, grasas) del electrodo de medición induce una aparente disminución de la pendiente obtenida de las lecturas en el electrodo de pH, tiempos de respuesta largos o la presencia de sensibilidades cruzadas entre aniones y cationes.

5.4 Las sedimentaciones (recubrimientos) o precipitaciones en el o sobre el diafragma (ejemplo cloruro de plata, sulfuro de plata y proteínas) interfieren con el contacto eléctrico para la disolución de medición.

Ambas interferencias 5.3 y 5.4, pueden ser eliminadas, si se emplea el siguiente procedimiento: Sumergir el electrodo de pH en una disolución 0,1 M de ácido clorhídrico (HCl) o 0,1 M de HNO₃, durante 20 minutos. Enjuagar con agua corriente antes de usar.

5.5 Especialmente en aguas con baja conductividad, se puede presentar una alta variabilidad de las lecturas. Los efectos de agitación y efectos de memoria (retrodifusión de la disolución de medición dentro del electrodo de referencia) podrían causar desviaciones en las mediciones. En estos casos se pueden utilizar electrodos especiales de pH (ejemplo con un

diafragma sólido o con un puente interno con una disolución de AgCl-disolución de referencia libre de electrolitos).

5.6 La liberación de gases en los alrededores del electrodo de pH, puede causar interferencias adicionales y entonces tener un cambio en el valor de pH.

5.7 En las suspensiones, puede ocurrir una desviación en la medición. En este caso, dejar reposar la muestra en un recipiente completamente lleno y cerrado y posteriormente medir en el sobrenadante claro.

6 REACTIVOS Y PATRONES

Utilizar solamente reactivos de grado analítico, a menos que se indique lo contrario.

6.1 Agua destilada o desionizada.

Deberá entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) conductividad, 5,0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 ° C máximo; b) pH: 5,0 a 8,0.

6.2 Patrón de referencia (Véase 3.2)

6.3 Patrón de trabajo (Véase 3.3)

Debe de ser de diferente lote y/o marca del utilizado como patrón de referencia, puede ser comercial o disolución de las mencionadas en el Apéndice A, es válido utilizar una disolución cuya caducidad ha vencido, mientras no supere los dos años posteriores a esta fecha y siempre y cuando cumpla con los criterios de aceptación y rechazo establecidos en el control de calidad del propio laboratorio.

6.4 Disoluciones amortiguadoras de pH de referencia

Utilizar las disoluciones B, C, D, F e I, que se encuentran en el Apéndice A (informativo), o 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.

Cabe aclarar que los valores de pH asignados a estas disoluciones (Apéndice A) son nominales, no son trazables a las unidades del SI y de ningún modo reemplazan el uso de materiales de referencia certificados.

Para el caso de las disoluciones comerciales, la caducidad será la indicada por el fabricante.

6.5 Electrolitos para relleno de electrodos de referencia.

Usar la disolución de electrolito recomendada por el fabricante.

7 EQUIPO

7.1 Recipiente de muestreo

Utilizar un recipiente con capacidad mínima de 500 mL, fondo plano hecho con vidrio de baja alcalinidad, por ejemplo, vidrio de borosilicato, recipientes de plástico que puedan ser impermeables a los gases, o vasos térmicos de doble pared, provistos de su respectiva tapa.

7.2 Instrumento para la medición de la temperatura

7.2.1 Termómetro con resolución de al menos 1 °C

7.2.2 Sensor de temperatura

Independiente o integrado en el electrodo de pH.

7.3 pHmetro

Equipo electrónico para medición del pH; con una resolución de la lectura de pH de al menos 0,01 unidades.

NOTA: La compensación de la temperatura llevada a cabo por los pHmetros disponibles comercialmente, está basada en la ecuación de Nernst, es decir, depende de la temperatura y la pendiente teórica correspondiente de los electrodos, tomada en cuenta en la indicación del valor de pH. Sin embargo, esto no compensa la dependencia de la temperatura en el valor del pH de la disolución de medida.

7.4 Electrodo de vidrio y electrodo de referencia

Los electrodos convencionales están conformados por 2 medias celdas e involucran reacciones de óxido reducción; pueden ser de varios tipos.

Se describen los más comúnmente empleados para la medición del pH:

- Clase 0; Compuestos de metales inertes y celdas de óxido-reducción electrolítica
- Clase 1; Compuestos de un metal embebido en una solución electrolítica del mismo metal, por ejemplo Ag/Ag^+
- Clase 2; Compuestos de un metal embebido en una sal del mismo metal, por ejemplo $\text{Ag}/\text{AgX}/\text{X}^-$

El cuerpo del electrodo puede estar construido de diferentes materiales.

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.

Por lo general los equipos cuentan con la función de intervalo permisible de la pendiente, el cual realiza el cálculo automáticamente, basta con seguir las instrucciones del fabricante para configurar el equipo adecuadamente.

En caso de que no se cuente con esta función, llevar a cabo el cálculo de la pendiente de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

Almacenar los electrodos de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

8 MUESTREO

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 taparlo 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.

NOTA: Usualmente, el muestreo y transporte son los principales factores de incertidumbre cuando se mide pH. Por lo tanto, los resultados de las mediciones in-situ, frecuentemente muestran una baja incertidumbre de la medición.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Preparación

9.1.1 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.

9.1.2 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.

9.1.3 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.

9.1.4 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.

9.1.5 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.

9.1.6 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.

9.2 Calibración analítica

9.2.1 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.

9.2.2 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.

9.2.3 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.

9.2.4 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.

9.2.5 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.

- 9.2.6** 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.
- 9.2.7** 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).
- 9.2.8** 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.
- 9.2.9** 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.
- 9.2.10** 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 9.2.10.

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

9.3 Medición de las muestras

- 9.3.1** 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.

9.3.2 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 (véase 6.1) 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.

9.3.3 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.

9.3.4 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.

10 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Reportar el valor promedio de pH de las tres mediciones de las lecturas independientes redondeando a una cifra decimal.

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.

11 CONTROL DE CALIDAD

Para el control de calidad analítico de esta norma mexicana, considerar lo descrito en la NMX-AA-115-SCFI (véase 2 Referencias).

12 INFORME DE ENSAYO

El informe de ensayo deberá contener al menos la siguiente información:

- 12.1 Toda la información requerida para la identificación completa de la muestra.
- 12.2 Referencia al método de prueba utilizado.
- 12.3 La expresión de los resultados de acuerdo con el capítulo 10.

13 VIGENCIA

La presente de norma mexicana, entrará en vigor 120 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana¹ coincide básicamente con la norma internacional ISO 10523:2008.- Water quality – Determination of pH y difiere de ella en los siguientes puntos:

Capítulo/Inciso que aplica diferencia	al la	Desviación Técnica / Justificación
0 Introducción		Se redujo la información de la introducción, para dejar únicamente la necesaria.
1 Objetivo y Campo de Aplicación		Se adecuó el objetivo de acuerdo a la necesidad y alcance requerido para la aplicación nacional. De igual forma se amplió el intervalo de trabajo para adecuarse a las

¹ Esta norma, es modificada (MOD) con respecto a la Norma ISO 10523:2008.- Water quality – Determination of pH

	necesidades de medición, de los cuerpos de agua nacionales
3 Definiciones	Se añadió la definición de patrón de referencia, patrón de trabajo y pHmetro (véase 3.2 a 3.4), para homologar esta norma mexicana con el conjunto de normas de este tema (Análisis de agua).
4 Principio	Se complementó la información para considerar los equipos que tienen compensador de temperatura automático.
5 Interferencias	Se eliminaron algunas interferencias, que no son aplicables para el alcance de la presente norma mexicana y algunas se complementaron.
6 Reactivos	Se especificaron puntualmente las características del agua a utilizar y se modificó el texto para señalar que los valores asignados son nominales, ya que no tienen una incertidumbre asociada, así mismo se añadió patrón de referencia y patrón de trabajo.
7 Equipo	Se complementó la información de los equipos requeridos, para ser más específicos, se modificó la escala requerida del termómetro, para coincidir con la NMX vigente de temperatura y finalmente se agregó las características de los diferentes electrodos de pH, que se pueden utilizar.
8 Muestreo	Se modificó el intervalo de temperatura al que deben mantenerse las muestras, para homologar esta norma mexicana con el conjunto de normas de este tema (Análisis de agua). Y se estableció el volumen mínimo y el tiempo máximo de análisis en caso de no realizar la medición inmediatamente.
9 Procedimiento	Se modificó el texto en los puntos 9.1 Preparación, 9.2 Calibración y ajuste del equipo de medición y 9.3 Medición de las Muestras para completar el procedimiento y mejorar la calidad del análisis y que la redacción estuviera más clara y completa.
10 Expresión de	Se determinó que los resultados serán

resultados	expresados con dos cifras decimales y la forma de reportar la temperatura y tiempo de análisis, en caso de ser necesario.
11 Control de calidad	Se agregó el capítulo para establecer el control de calidad que debe seguir cada laboratorio que aplique esta norma mexicana
12 Informe de ensayo	Se suprimieron algunos puntos que no son necesarios para el alcance de esta norma mexicana.
Apéndices	Se excluyeron de la presente norma mexicana los Apéndices Informativos B, C, D y E, que incluía la norma ISO en la cual está basada esta norma mexicana, debido a que no son aplicables para el alcance nacional del mismo. Dejando únicamente el Apéndice A (informativo), del cual se descartó la Tabla 2, ya que no es de utilidad para la presente norma mexicana.

APÉNDICE A (Informativo) Valores de pH de los patrones de trabajo

A.1 Dependencia de la temperatura de valores de pH de las disoluciones de trabajo.

TABLA 1.- Ejemplos de valores de disoluciones de patrones de trabajo

Temperatura °C	B Tartrato Ácido de Potasio Saturado	C Ftalato de Hidroxido de Potasio 0,05 mol/kg	D Fosfato 0,025 mol/kg	F Borax 0,01 mol/kg	I Carbonato de Sodio / Bicarbonato de Sodio 0,025 mol/kg
0	---- ^a	4,000	6,984	9,464	10,317
5	---- ^a	3,998	6,951	9,395	10,245
10	---- ^a	3,997	6,923	9,332	10,179
15	---- ^a	3,998	6,900	9,276	10,118
20	---- ^a	4,000	6,881	9,225	10,062
25	3,557	4,005	6,865	9,180	10,012
30	3,552	4,011	6,853	9,139	9,966
35	3,549	4,018	6,844	9,102	9,926
37	3,548	4,022	6,841	9,088	9,910
40	3,547	4,027	6,838	9,068	9,889
50	3,549	4,050	6,833	9,011	9,828

^a No puede ser usada debajo de 25 ° C

15 BIBLIOGRAFÍA

-NOM-008-SCFI-2002

Sistema General de Unidades de Medida.
Publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 27 de noviembre de 2002. Modificación publicada en el **Diario Oficial de la Federación** 24 de septiembre de 2009.

-ISO 10523:2008.- Water quality – Determination of pH.

-Compendium of Analytical Nomenclature, definitive rules 1997, 3th Edition, Inczedy, J.; Lengyel, T. and Ure, A.M., IUPAC

-BUCK, R.O., RONDININI, S., COVINGTON, A.K., BAUCKE, F.G.K., BRETT, C.M.A., CAMOES, M.F., MILTON, M.J.T., MUSSINI, T., NAUMANN, R., PRATT, K.W., SPITZER, P., WILSON, G.S., The measurement of pH: Definition, standards and procedures (IUPAC Recommendations 2002), Pure Appl. Chem. 2002, Vol. 74, pp. 2169–2200.

Ciudad de México, a

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

ALBERTO ULISES ESTEBAN MARINA

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-desecador (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-desecador (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 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 °C \pm 1 °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 DBO₅ 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.

Siglas

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

pH Potencial Hidrógeno. *Glosario:* Potencial Hidrógeno

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

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. LIII

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

. LIII

E

efluente

agua que sale de un recipiente, o un estanque, o una planta de tratamiento o de cualquiera de sus secciones. 3

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

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. LV

materia orgánica

. LIII

P**Planta de Tratamiento de Aguas Residuales**

. LIII

Potencial Hidrógeno

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

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

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° es la molalidad estándar. La magnitud pH es considerada como una medida de la actividad de los iones hidrógeno en la disolución. LIII

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 $105 \text{ }^\circ C \pm 2 \text{ }^\circ C$. LIII

Sólidos Suspendidos Volátiles

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

V**Velocidad de Utilización de Oxígeno**

. LIII