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. 20 de agosto de 2023

Índice

Índice de figuras Índice de cuadros Resumen	İ				
ĺn	dice	de cuadros	ii		
Re	esum	en	iii		
1	Intro	oducción	1		
2	Ante	ecedentes	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	4		
	2.3	Muestreo	4		
	2.4	Tratamiento de aguas residuales	4		
		2.4.1 Tratamientos biológicos	4		
	2.5	Lodos Activados	4		
		2.5.1 Organismos presentes en los lodos activados	5		
		2.5.2 Flóculos	5		
		2.5.3 Bulking filamentoso	5		
3	Plar	nteamiento del problema	6		
4	Jus	tficación	7		
5	Obi	etivos	8		
	5.1	Objetivo general	8		
		Objetivos particulares	8		
6	Mat	eriales	9		
7	Res	ultados	10		
8	Disc	cusión	11		
9	Conclusiones				

10 Perspectivas	13
Referencias	14
Anexos	1
Siglas	LIII
Glosario	LIV

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 ultimo 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 la normalidad presente 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 de 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.

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 orígen 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; ademas 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

ΕI

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.

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,...

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 Justficación

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.
- 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.
- 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:



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:

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

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° 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.

NMX-AA-008-SCFI-2016 4/16



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.
- 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 HNO $_3$, 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

NMX-AA-008-SCFI-2016 5/16



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 µS/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.

NMX-AA-008-SCFI-2016 6/16



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

NMX-AA-008-SCFI-2016 7/16



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 Ag/AgX/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

NMX-AA-008-SCFI-2016 8/16



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 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ 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 ± 5 °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.

NMX-AA-008-SCFI-2016 9/16



- **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 ± 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.

NMX-AA-008-SCFI-2016 10/16



- 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,

NMX-AA-008-SCFI-2016 11/16



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**.

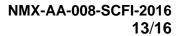
14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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 al que aplica la diferencia	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

XIII





	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

NMX-AA-008-SCFI-2016 14/16



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

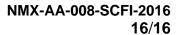
	В	С	D	F	I			
Temperatura	Ţartrato	Ftalato de			Carbonato de			
	Ácido de	Hidroxido de	Fosfato	Borax	Sodio /			
	Potasio	Potasio			Bicarbonato de			
	Saturado				Sodio			
°C		0,05 mol/kg	0,025	0,01 mol/kg				
			mol/kg		0,025 mol/kg			
0	a	4,000	6,984	9,464	10,317			
5	a	3,998	6,951	9,395	10,245			
10	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

ICS: 13.060.45

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



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

INTRODUCCIÓN 0

Todas las aguas contienen substancias disueltas en cantidades variables que dependen de su origen.

El agua puede contener varios tipos de sólidos, entre ellos, sólidos disueltos y los sólidos suspendidos.

Los sólidos y sales disueltas pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de aqua, un efluente o un proceso de varias formas, en plantas potabilizadoras por ejemplo el análisis de sólidos disueltos son importantes como indicadores de la efectividad de procesos de tratamiento del agua.

OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN 1

Esta norma mexicana establece el método para la medición de sólidos y sales disueltas y aplica para aquas naturales, residuales y residuales tratadas. Es de aplicación nacional.

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



2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

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

3 REFERENCIAS

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

NMX-AA-089/1-SCFI-2010	Prot	ec	ció	n a	al a	mbi	en	te-	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 3 de marzo de 2011.

Federacion el 3 de marzo de 2011.

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

Vocabulario-parte 2 (Cancela a la NMX-AA-89/2-1992). Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la**

Federación el 29 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.

4 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 (véase 3 Referencias) y se establecen las siguientes:



4.1 Masa constante:

Es la masa que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado, y que en dos ciclos completos consecutivos presenta una diferencia \leq 0,000 5 g.

4.2 Sólidos Disueltos Totales (SDT):

Es el material soluble constituido por materia inorgánica y orgánica 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 μ m a una temperatura de 105 °C \pm 2 °C.

4.3 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 μ m secado y llevado a masa constante a una temperatura de 105 °C ± 2 °C.

4.4 Sólidos Suspendidos Volátiles (SSV):

Son aquellos sólidos suspendidos que se volatilizan en la calcinación a 550 °C \pm 50 °C.

4.5 Sólidos Totales (ST):

Es el residuo que permanece en una cápsula después de evaporar y secar una muestra a una temperatura de $105 \, ^{\circ}\text{C} \pm 2 \, ^{\circ}\text{C}$.

4.6 Sólidos Totales Volátiles (STV):

Cantidad de materia orgánica e inorgánica que se volatiliza por el efecto de la calcinación a 550 °C \pm 50 °C.

5 EQUIPO Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para el presente método

5.1 Equipo



a)	2 °C;
b)	Balanza analítica calibrada, con una resolución de 0,1 mg;
c)	Mufla eléctrica capaz de mantener una temperatura de 550 °C \pm 50 °C
d)	Equipo de filtración al vacío y
e)	Parrilla de calentamiento.
5.2	Materiales
a)	Cápsulas de evaporación (porcelana, níquel o platino), del tamaño acorde al volumen de la muestra,
b)	Desecador, provisto con un desecante o con control de humedad,
c)	Filtro de fibra de vidrio. Los filtros deberán ser circulares, con una porosidad de 1,5 µm y del diámetro correspondiente para adaptarse perfectamente en el dispositivo de filtrado,
d)	Soporte de secado: charola de aluminio o Crisol Gooch,
e)	Dispositivo de filtración o Crisol Gooch,

El crisol Gooch o dispositivo de filtración debe tener suficiente NOTA 1: permeabilidad para permitir que el agua pase libremente.

- Pinzas para cápsula y/o crisol, y f)
- Probeta. g)

6 **REACTIVOS Y PATRONES**

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



Cuando se indique agua debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Conductividad máx: 5,0 µS/cm a 25 °C, y b) pH: 5,0 a 8,0.

Disolución control: El laboratorio deberá preparar una disolución de control de calidad (véase 6.1).

6.1 Disolución control

La disolución control debe contener los elementos siguientes:

Cloruro de sodio (NaCl), carbonato de calcio (CaCO₃), celulosa microcristalina $(C_6H_{10}O_5)n$, tierra de diatomáceas y caolín o almidón.

Agregar la cantidad necesaria de cloruro de sodio, previamente secado a 105 °C ± 2 °C por 2 horas, carbonato de calcio, celulosa microcristalina, tierra de diatomáceas y almidón o caolín, de acuerdo a la concentración deseada de sólidos en las muestras de control, agregar agua y llevar al aforo de 1 000 mL.

Esta disolución tiene una vida útil de máximo doce meses.

NOTA 2: Se pueden utilizar materiales de referencia comerciales.

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

7.1 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días y almacenarlas a una temperatura de $4 \, ^{\circ}\text{C} \pm 2 \, ^{\circ}\text{C}$.

Es conveniente que para muestras provenientes de reactores biológicos el análisis se realice dentro de las 24 h posteriores a la toma de muestra para minimizar la interferencia por generación de biomasa.

Al menos recolectar un mínimo de 600 mL de muestra en envases de plástico o vidrio y taparse inmediatamente después de la recolecta. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples. Evitar llenar los recipientes completamente (hasta el borde) para permitir eficientemente la homogenización por medio de la agitación.



8 CONTROL DE CALIDAD

Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad en referencia a la norma NMX-AA-115-SCFI (véase 3 Referencias).

9 PROCEDIMIENTO

- **9.1** Preparación de cápsulas
- 9.1.1 Introducir las cápsulas al horno a una temperatura de $105 \, ^{\circ}\text{C} \pm 2 \, ^{\circ}\text{C}$, 20 min como mínimo. Únicamente en el caso de la medición de sólidos volátiles, las cápsulas posteriormente se introducen a la mufla a una temperatura de $550 \, ^{\circ}\text{C} \pm 50 \, ^{\circ}\text{C}$, durante 20 min como mínimo. Después de este tiempo transferirlas al horno.
- **9.1.2** Trasladar la cápsula al desecador y dejar enfriar por 20 min como mínimo.
- **NOTA 3:** El manejo de la cápsula durante el análisis, debe realizarse en todo momento con las pinzas.
- **9.1.3** Pesar las cápsulas y repetir el ciclo horno-desecador (véase 9.1.1 y 9.1.2) hasta obtener una diferencia \leq 0,000 5 g en dos pesadas consecutivas. Registrar como m_1 considerando para los cálculos el último valor de la masa.
- **9.2** Preparación de dispositivo de filtración y/o soportes de secado.
- **9.2.1** 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 4:** Mojar el filtro con agua para asegurar que se adhiera perfectamente, solo en caso de utilizar crisol Gooch.
- 9.2.2 El soporte de secado con el filtro se introduce al horno a 105 °C ± 2 °C durante 20 min como mínimo, después de este tiempo transferirlo a un desecador.

NMX-AA-034-SCFI-2015 7/16



- 9.2.3 Pesar el dispositivo de filtración y/o soportes de secado y repetir el ciclo horno-desecador (véase 9.2.2) hasta obtener una diferencia \leq 0,000 5 g en dos pesadas consecutivas. Registrar como m_2 , considerando para los cálculos el último valor de la masa.
- **9.3** Preparación de la muestra
- **9.3.1** Las muestras deben estar a temperatura ambiente al realizar el análisis. Agitar las muestras para asegurar la homogeneización.
- **9.4** Medición de sólidos totales (ST) y sólidos totales volátiles (STV).
- **9.4.1** Medición de sólidos totales (ST)
- **9.4.1.1** 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.
- **9.4.1.2** Transferir la muestra a la cápsula previamente puesta a masa constante (véase 9.1.3) y evaporar a sequedad en el horno de secado a $105 \, ^{\circ}\text{C} \pm 2 \, ^{\circ}\text{C}$.
- 9.4.1.3 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 °C ± 2 °C para su secado total por una hora.
- 9.4.1.4 Trasladar la cápsula al desecador y dejar enfriar por 20 min como mínimo. Llevar la cápsula a masa constante repitiendo el ciclo horno-desecador (véase 9.1.1 y 9.1.2), hasta obtener una diferencia ≤ 0,000 5 g en dos pesadas consecutivas.
- **9.4.1.5** Registrar como m₃, la última masa obtenida.
- **9.4.2** Medición de sólidos totales volátiles (STV)
- 9.4.2.1 Introducir la cápsula conteniendo el residuo (véase 9.4.1.1) a la mufla a 550 °C \pm 50 °C durante 15 min a 20 min, transferir la cápsula al horno a 105 °C \pm 2 °C, 20 min como mínimo. Trasladar la cápsula siguiendo el punto 9.4.1.4, y registre el valor como m_4 .
- **9.5** Sólidos disueltos totales (SDT)



- **9.5.1** Para la medición de los sólidos disueltos totales véase 10.4; si no se poseen tales datos, pasar al punto 9.5.2.
- 9.5.2 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 9.1) y evaporar a sequedad en el horno de secado a 105 °C \pm 2 °C o evaporar casi a sequedad sin llegar a ebullición de la muestra, en una parrilla de calentamiento.

Introducir al horno a 105 °C \pm 2 °C la cápsula con la muestra, durante al menos 1 h. Pasar la cápsula al desecador para llevar a masa constante (véase 9.4.1.4). Registrar como m_5 .

- **NOTA 5:** Si al cabo de 1 h aún se observa humedad o líquido en la cápsula, continuar secando en el horno.
- **9.6** Medición de sólidos suspendidos totales (SST) y Medición de sólidos suspendidos volátiles (SSV)
- **9.6.1** Medición de sólidos suspendidos totales (SST)
- **9.6.1.1** Se recomienda seleccionar el volumen de muestra de acuerdo a las características de esta.
- **9.6.1.2** 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.
- **9.6.1.3** Filtrar la muestra:
 - a) A través del filtro colocado en el crisol Gooch (véase 9.2) 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 9.2).

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

NOTA 6: 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 XXVI



muestra. Si se observa tal bloqueo del filtro, deberá repetirse la medición con menor volumen. Los resultados deberán interpretarse considerando lo anterior.

- 9.6.1.4 Introducir el soporte de secado con el filtro al horno a 105 °C \pm 2 °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 9.4.1.4 y registrar como m_6 la masa obtenida.
- **9.6.2** Medición de sólidos suspendidos volátiles (SSV)
- **9.6.2.1** Introducir el soporte de secado con el filtro que contiene el residuo m_6 a la mufla a una temperatura de 550 °C \pm 50 °C durante 15 min a 20 min.
- **9.6.2.2** Trasladar el soporte de secado con el filtro al horno a una temperatura de 105 °C \pm 2 °C durante 20 min como mínimo.
- **9.6.2.3** Transferir el soporte de secado con el filtro al desecador y llevar a masa constante (véase 9.4.1.4.) Registrar como m₇.

10 CÁLCULOS

10.1 Calcular el contenido de sólidos totales de las muestras como sigue:

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

Donde:

ST Son los sólidos totales, en mg/L;

 m_3 es la masa de la cápsula con el residuo, después de la evaporación,

en a:

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

V es el volumen de muestra, en mL.

10.2 Calcular el contenido de sólidos totales volátiles (STV) de las muestras como sigue:



$$STV = \frac{(m_3 - m_4)}{V} 1 \ 000 \ 000$$

Donde:

STV son los sólidos totales volátiles, en mg/L;

 m_3 es la masa de la cápsula con el residuo, después de la evaporación,

en g;

 m_4 es la masa de la cápsula con el residuo, después de la calcinación, en

g, y

V es el volumen de muestra, en mL.

10.3 Calcular el contenido de sólidos suspendidos totales (SST) y sólidos suspendidos volátiles (SSV), en miligramos por litro, a partir de las siguientes ecuaciones:

a) SST

$$SST = \frac{(m_6 - m_2)}{V} 1 \ 000 \ 000$$

b) SSV

$$SSV = \frac{(m_6 - m_7)}{V} 1 000 000$$

Donde:

SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L;SSV son los sólidos suspendidos volátiles, en mg/L;

 m_2 es la masa del soporte de secado con el filtro antes de la filtración,

en g;

*m*₆ es la masa del soporte de secado con el filtro, en g;

 m_7 es la masa del soporte de secado con el filtro después de la

calcinación, en g, y

V es el volumen de la muestra, en mL.



- 10.4 Calcular el contenido de sólidos disueltos totales (SDT) de las muestras como sigue:
 - a) SDT

$$SDT = (ST) - (SST)$$

Donde:

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

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

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

O bien

$$SDT = \frac{(m_5 - m_1)}{V}$$
1 000 000

Donde:

 m_1 Es la masa de la cápsula vacía, en g;

 m_5 es la masa de cápsula con el residuo seco de la muestra filtrada, en

a. v

V es el volumen de muestra, en mL.

- **NOTA 7:** Los datos obtenidos para sólidos disueltos totales por conductimetría no son conmutables con los obtenidos por este método.
- **10.5** Calcular el contenido de sólidos disueltos volátiles (SDV) de las muestras como sigue:

$$SDV = STV - SSV$$

Donde:

SDV Son los sólidos disueltos volátiles en mg/L; STV son los sólidos totales volátiles, en mg/L, y SSV son los sólidos suspendidos volátiles, en mg/L.

10.6 Calcular el contenido de sólidos disueltos fijos (SDF) de las muestras como sigue:



$$SDF = SDT - SDV$$

Donde:

SDF Son los sólidos disueltos fijos, en mg/L; SDT son los sólidos disueltos totales, en mg/L, y SDV son los sólidos disueltos volátiles, en mg/L.

10.7 Calcular el contenido de sólidos suspendidos fijos (SSF) de las muestras como sigue:

$$SSF = SST - SSV$$

Donde:

SSF Son los sólidos suspendidos fijos, en mg/L;
 SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L, y
 SSV son los sólidos suspendidos volátiles, en mg/L.

10.8 Calcular el contenido de sólidos totales fijos (STF) de las muestras como sigue:

$$STF = ST - STV$$

Donde:

STF Son los sólidos totales fijos, en mg/L;
 ST son los sólidos totales, en mg/L, y
 STV son los sólidos totales volátiles, en mg/L.

10.9 Informar los resultados, en mg/L

11 INTERFERENCIAS

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

NMX-AA-034-SCFI-2015 13/16



instrumentos de trabajo, consignar en las observaciones del informe de resultados.

- 11.3 La temperatura a la cual el residuo se seca, tiene un efecto muy importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en la masa de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o el desprendimiento de gases por descomposición química y/o por la oxidación del residuo, así como por la oclusión de agua.
- Los resultados para las muestras con alto contenido de grasas y aceites son cuestionables debido a la dificultad de secado a masa constante en un tiempo razonable.
- La precisión de los datos para la medición del contenido de materiales en suspensión determinados, según esta norma mexicana, depende principalmente de la naturaleza de la muestra y no del procedimiento del análisis.
- Las muestras que contienen organismos vivos o materiales viscosos, (por ejemplo, hidratos de carbono polimerizados) que obstruyen los filtros, son especialmente sensibles al trasporte y a las condiciones del ensayo.

12 SEGURIDAD

- 12.1 Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las substancias en este método.
- Cuando se trabaje este método, debe usarse el equipo de seguridad apropiado, tal como: bata, guantes de látex, guantes de protección térmica, lentes de seguridad y careta de protección.

13 MANEJO DE RESIDUOS

Cada laboratorio debe contemplar el control, manejo y disposición final de los residuos generados durante la medición.



14 VIGENCIA

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

15 BIBLIOGRAFÍA

-	NOM-001-SEMARNAT-1996	Que establece los límites máximo permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación en 6 de enero de 1997.
-	NOM-008-SCFI-2002	Sistema General de Unidades de Medida. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
-	NMX-AA-003-1980	Aguas residuales Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.
-	NMX-AA-014-1980	Cuerpos receptores Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.
-	ISO 11923:1997	Water quality - Determination of suspended solids by filtration through glass-fiber filters

- 2540 Solids, Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, United States of America, Washington, DC 20005, 22th Edition 2012.
- Comisión Nacional del Agua, Ley Federal de Derechos. Disposiciones Aplicables en Materia de Aguas Nacionales 2015. Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, México 2015. Disponible en: http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/LeyFederaldeDerechos.p df.

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

NMX-AA-028-SCFI-2001

CDU: 631.879 CANCELA A LA NMX-AA-028-1981



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

0 INTRODUCCIÓN

Demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅): Es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días. El método se basa en medir el oxígeno consumido por una población microbiana en condiciones en las que se ha inhibido los procesos fotosintéticos de producción de oxígeno en condiciones que favorecen el desarrollo de los microorganismos.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de análisis para la determinación de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

NOTA. Se determina la cantidad de oxígeno utilizada por una población microbiana heterogénea para transformar la materia orgánica, en un periodo de incubación de 5 días a 20°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-012 SCFI-2001 Análisis de agua - Determinación de oxígeno disuelto en

aguas naturales, residuales y residuales tratadas -

Método de prueba.

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

iodométrico. Declaratoria de vigencia publicada en el Diairo Oficial de la Federación del 22 de junio de 1987.

3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método se basa en medir la cantidad de oxígeno que requieren los microorganismos para efectuar la oxidación de la materia orgánica presente en aguas naturales y residuales y se determina por la diferencia entre el oxígeno disuelto inicial y el oxígeno disuelto al cabo de cinco días de incubación a 20°C.

Para la determinación de oxígeno disuelto (OD) se puede emplear cualquiera de los dos métodos establecidos en la norma mexicana NMX-AA-012-SCFI (ver 2 Referencias).

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma se establecen las siguientes definiciones:

4.1 Aguas naturales

El agua cruda, subterránea y pluvial.

4.2 Aguas residuales

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

4.3 Biota

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

4.4 Bitácora

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

4.5 Blanco analítico o de reactivos

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos





disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

4.6 Calibración

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

4.7 Demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅)

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

4.8 Descarga

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

4.9 Desviación estándar experimental

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, es la magnitud s que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la siguiente fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - x)^2}{n-1}}$$

En donde x_i es el resultado de la i-ésima medición y \overline{x} es la media aritmética de los n resultados considerados.

4.10 Disolución estándar

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

4.11 Disolución madre

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



4.12 Inóculo

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

4.13 Material de referencia

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

4.14 Material de referencia certificado

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

4.15 Medición

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

4.16 Medio aerobio

Es aquel en el cual se desarrollan microorganismos en presencia de oxígeno molecular.

4.17 Medio anaerobio

Es aquel en el cual se desarrollan microorganismos en ausencia de oxígeno molecular.

4.18 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

4.19 Muestra compuesta

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



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

4.21 Parámetro

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

4.22 Patrón (de medición)

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

4.23 Patrón de referencia

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

4.24 Patrón de trabajo

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

4.25 Patrón nacional

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

4.26 Patrón primario

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

4.27 Patrón secundario

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

XXXVIII



Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre.

$$x = \overline{x} \pm t_{\alpha/2} \, \frac{s}{\sqrt{n}}$$

donde:

 \boldsymbol{x} es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;

es el valor de la t de Student para un nivel de significancia del 95 %; $t_{\alpha/2}$

es la desviación estándar de la muestra;

es el número de réplicas, y n

es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

4.29 Trazabilidad

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

Verificación de la calibración 4.30

Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

5 **REACTIVOS Y PATRONES**

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

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:

- a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 min.;
- b) Conductividad, μS/cm a 25°C: 5,0 máx., y
- c) pH: 5,0 a 8,0.



5.2	Fosfato dibásico de potasio (K ₂ HPO ₄)
5.3	Fosfato dibásico de sodio heptahidratado (Na ₂ HPO ₄ •7H ₂ O)
5.4	Cloruro de amonio (NH ₄ CI)
5.5	Sulfato de magnesio heptahidratado (MgSO ₄ •7H ₂ O)
5.6	Cloruro de calcio anhidro (CaCl ₂)
5.7	Cloruro férrico hexahidratado (FeCl ₃ •6H ₂ O)
5.8	Ácido sulfúrico concentrado (H ₂ SO ₄)
5.9	Hidróxido de sodio (NaOH)
5.10	Sulfito de sodio (Na ₂ SO ₃)
5.11	2-cloro-6 (triclorometil) piridina
5.12	Glucosa grado patrón primario (C ₆ H ₁₂ O ₆)
5.13	Ácido glutámico grado patrón primario(C ₅ H ₉ NO ₄)
5.14	Ácido clorhídrico (HCI)
5.15	Acido nítrico (HNO ₃)

- 5.16 Disolución amortiguadora de fosfato. Pesar aproximadamente 8,5 g de fosfato monobásico de potasio (ver inciso 5.1), 21,75 g de fosfato dibásico de potasio (ver inciso 5.2), 33,4 g de sosfato dibásico de sodio heptahidratado (ver inciso 5.3) y 1,7 g de cloruro de amonio (ver inciso 5.4), disolver en 500 mL de agua y aforar a 1 L. El pH de la disolución debe ser de 7,2. Desechar el reactivo (o cualquiera de los siguientes reactivos) si hay algún signo de crecimiento biológico en el frasco de almacenamiento.
- 5.17 Disolución de sulfato de magnesio. Pesar aproximadamente 22,5 g de sulfato de magnesio heptahidratado (ver inciso 5.5), disolver en agua y diluir a 1 L.
- 5.18 Disolución de cloruro de calcio. Pesar aproximadamente 27,5 g de cloruro de calcio anhídro (ver inciso 5.6), disolver en agua y diluir a 1 L.



- 5.19 Disolución de cloruro férrico. Pesar aproximadamente 0,25 g de cloruro férrico hexahidratado (ver inciso 5.7), disolver en agua y diluir a 1 L.
- 5.20 Disolución de ácido sulfúrico (0,1N). Agregar aproximadamente 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.8) a 500 mL de agua, mezclar bien y diluir hasta 1 L.
- 5.21 Disolución de hidróxido de sodio (0,1N). Pesar aproximadamente 4,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.9), disolver en agua y diluir a 1 L.
- 5.22 Disolución de sulfito de sodio. Pesar aproximadamente 1,575 g de sulfito de sodio (ver inciso 5.10), disolver en agua y diluir a 1 L. Esta disolución no es estable; por lo que debe prepararse diariamente.
- 5.23 Disolución patrón de glucosa-ácido glutámico. Secar glucosa y ácido glutámico a 103°C durante una hora. Pesar aproximadamente y con precisión 150,0 mg de glucosa (ver inciso 5.12) y 150,0 mg de ácido glutámico (ver inciso 5.13), diluir en agua y aforar a 1 L. Preparar inmediatamente antes de usarla. Esta disolución tiene una DBO₅ de 198 mg/L.
- 5.24 Disolución de cloruro de amonio. Pesar aproximadamente 1,15 g de cloruro de amonio (ver inciso 5.4) y disolver en 500 mL de agua, ajustar el pH a 7,2 con disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 5.21) y aforar a 1 L. La disolución contiene 0,3 mg N/mL.

6 EQUIPO Y MATERIALES

- 6.1 Equipo
- 6.1.1 Equipo de aireación con difusor
- 6.1.2 Incubador: Controlado por termostato a 20°C ± 1°C. Eliminar toda la luz para evitar la posibilidad de producción fotosintética de oxígeno disuelto.
- 6.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
- 6.1.4 Medidor de oxígeno disuelto
- 6.2 Material

Limpieza del material.

6.2.1 Todo el material usado en la determinación debe ser exclusivo para este procedimiento. Para el lavado del material remojar durante 1 h en una



disolución de ácido sulfúrico al 10 % y enjuagar con agua. Los detergentes con base de amoniaco no deben usarse para la limpieza del material.

- 6.2.2 Los contenedores de las muestras deben lavarse con disolución de detergente no iónico, libre de metales, enjuagarse con agua, remojarse en ácido toda la noche y volver a enjuagarse con agua libre de metales.
- Para el material de cuarzo, politetrafloroetileno o material de vidrio debe dejarse remojando de 12 h a 24 h con HNO₃ (1:1), HCl (1:1) o con agua regia (3 partes de HCl concentrado + 1 parte de HNO₃ concentrado) a 70°C solo en los casos que presente material adherido, después debe ser enjuagado con agua libre de metales.
- 6.2.4 En los casos de que el material presente grasas, enjuagar con acetona y/o hexano.
- 6.2.5 Botellas Winkler de vidrio para incubación con capacidad de 300 mL de aforo total y con boca estrecha, reborde y tapón de vidrio esmerilado, de forma cónica.
- 6.2.6 Contratapa de politetrafloroetileno u otro material plástico para botella Winkler
- 6.2.7 Bureta

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 7.1 En el caso de aguas naturales debe tomarse un mínimo de 1 L de muestra en un envase de polietileno o vidrio. En el caso de aguas residuales (DBO $_5$ mayores a 50 mg/L) deben tomarse mínimo 100 mL. Pueden utilizarse muestras simples o compuestas.
- 7.2 No se debe agregar ningún preservador a las muestras. Solo deben conservarse a 4°C hasta su análisis.
- 7.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 24 h.

8 CONTROL DE CALIDAD

8.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.



- 8.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:
- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verifica los análisis, y
- Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
 - a) Identificación de la muestra;
 - b) Fecha del análisis:
 - c) Procedimiento cronológico utilizado;
 - d) Cantidad de muestra utilizada;
 - e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
 - f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
 - g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados, y
 - Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

De tal forma que permita a un evaluador externo reconstruir cada determinación mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.

9 CALIBRACIÓN

Se debe contar con la calibración de los equipos y materiales siguientes:

- 9.1 Material volumétrico
- 9.2 Balanza analítica
- 9.3 Medidor de oxígeno disuelto

10 PROCEDIMIENTO



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 (ver inciso 5.17), disolución de cloruro de calcio (ver inciso 5.18), disolución de cloruro férrico (ver inciso 5.19) y disolución amortiguadora de fosfatos (ver inciso 5.16). Preparar el agua de dilución diariamente.

Analizar y almacenar el agua de dilución como se describe en los incisos 10.2 y 10.3, 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.

Si la muestra presenta alto contenido de biocidas como cloro o se sabe de su bajo contenido de materia orgánica, es necesario inocular la muestra.

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

10.2 Control del agua de dilución

10.2.1 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 aqua 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.

10.3 Control de la glucosa-ácido glutámico

Comprobar en cada lote analítico la calidad del agua de dilución, la efectividad del inóculo y la técnica analítica mediante determinaciones de la DBO₅ en muestras estándar de concentración conocida. Utilizar la disolución de glucosa-ácido glutámico (ver inciso 5.23) 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 10.4 a 10.10.

- 10.4 Inóculo
- 10.4.1 Fuente de la siembra
- 10.4.1.1 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).

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

10.5 Control del inóculo

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 disoluciones tales de la siembra que la mayor cantidad de los resultados presenten una disminución de al menos el 50 % del OD. La representación de la disminución del OD (mg/L) con respecto a los mililitros de siembra, tiene que ser una línea recta cuya pendiente corresponde a la disminución de OD por mililitro del inóculo. La intersección del eje de las abscisas (OD) representa el consumo del oxígeno causado por el agua de dilución y debe ser inferior a 0,1 mg/L (ver inciso 10.8). 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.

- 10.6 Pretratamiento de la muestra
- 10.6.1 Muestras con pH ácidos o básicos
- 10.6.1.1 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.



- 10.6.2 Muestras que contienen cloro residual
- Si es posible, evitar las muestras que contengan cloro residual, tomándolas antes del proceso de cloración. Si la muestra ha sido clorada pero no hay residuo detectable de cloro, sembrar el agua de dilución. Si hay cloro residual, eliminar el cloro de la muestra y sembrar con inóculo (ver inciso 10.4). 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.

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.

- 10.6.2.2 La determinación de cloro residual se realiza de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-100 (ver 2 Referencias).
- 10.6.3 Muestras sobresaturadas con OD
- 10.6.3.1 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.
- 10.6.4 Ajustar la temperatura de la muestra a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ antes de hacer diluciones.
- 10.6.5 Inhibición de la nitrificación
- 10.6.5.1 Si se requiere inhibir la nitrificación adicionar 3,0 mg de 2-cloro-6 (triclorometil) piridina (ver inciso 5.11) 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.
- 10.6.5.2 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.
- 10.7 Técnica de dilución
- 10.7.1 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.

- 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 hidraúlico y la contratapa e incubar durante 5 días a 20°C.
- 10.8 Determinación del OD inicial
- 10.8.1 Método yodométrico

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 (ver 2 Referencias).

10.8.2 Método electrométrico

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 (ver 2 Referencias). Los aceites, grasas o cualquier sustancia que se adhiera a la membrana puede ser causa de baja respuesta en el electrodo.

Blanco del agua de dilución. 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 10.7 y 10.10. El consumo de OD no debe ser mayor de 0,2 mg/L y preferentemente no menor a 0,1 mg/L.

10.10 Incubación XLVII



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

10.11 Determinación del OD final

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.

- 11 CÁLCULOS
- 11.1 Calcular la DBO₅
- 11.1.1 Cuando no se utilice inóculo ni diluciones:

$$DBO_5 (mg/L) = ODi mg/L - OD_5 mg/L$$

donde:

ODi mg/L es el oxígeno disuelto inicial, y OD₅ mg/L es el oxígeno disuelto al quinto día.

11.1.2 Cuando se emplea una dilución:

$$\label{eq:defDBO5} DBO_5 \ (mg/L) = ----- % de dilución expresado en decimales$$

- 11.2 Cuando se utiliza inóculo
- 11.2.1 Sin dilución:

DBO₅ (m/L)= (OD_i mg/L - OD₅ mg/L) -
$$\frac{C_1 (B_1 - B_2) (V_t)}{C_2(V_m)}$$



DBO₅ (m/L)=[(OD_i mg/L - OD₅ mg/L) -
$$\frac{C_1 (B_1 - B_2) (V_t)}{C_2(V_m)}$$

donde:

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

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

C₁ es el volumen de inóculo en la muestra;

C₂ es el volumen de inóculo en el inóculo control;

V_t es el volumen total del frasco Winkler, y

V_m es el volumen de muestra sembrada.

- 11.3 Expresar los resultados como CDBO₅ sí se inhibe la nitrificación.
- 11.4 Reportar los resultados en mg/L de DBO₅ con dos cifras significativas con la presición (media, desviación estándar) correspondiente.

12 INTERFERENCIAS

- 12.1 El pH ácido o alcalino
- 12.2 Cloro residual
- 12.3 Nitritos: Es la interferencia más común en las muestras de DBO₅ incubadas. Para eliminarla ver inciso 10.6.5.
- 12.4 Sustancias inorgánicas y orgánicas reductoras.

13 SEGURIDAD

No ha sido determinada la carcinogenicidad de todos los reactivos, por lo que cada sustancia química debe tratarse como peligro potencial a la salud. La exposición a estas sustancias debe reducirse al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice inspecciones de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados estén a su disposición.



- Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las substancias químicas especificadas en éste método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- Cuando se trabaje con cualquiera de los compuestos químicos descritos en este método, debe usar todo el tiempo equipo de seguridad, tal como: batas, guantes de látex y lentes de seguridad.
- La preparación de todos los reactivos usados en este método debe efectuarse bajo una campana de extracción. Consulte las hojas de seguridad sobre manipulación y disposición de éstos.
- 13.5 El ácido sulfúrico es un compuesto químico debe manejarse con extremo cuidado. El adicionar ácido sulfúrico concentrado al agua produce una fuerte reacción exotérmica por lo cual esto debe realizarse muy lentamente con agitación y enfriamiento externo.

14 MANEJO DE RESIDUOS

Es responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

- 14.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- Los desechos ácidos se deben neutralizar para su posterior desecho.
- Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga al alcantarillado pueden ser descargadas en el mismo.



NOM-001-ECOL-1996	Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
NOM-008-SCFI-1993	Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.
NMX-AA-003-1980	Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.
NMX-AA-014-1980	Cuerpos receptores - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.
NMX-AA-089/1-1986	Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.
NMX-AA-089/2-1992	Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario. Parte 2. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 24 de marzo de 1992.
NMX-AA-108-1992	Calidad del agua - Determinación de cloro libre y cloro total - Método volumétrico de la DPD ferrosa. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 24 de marzo de 1992.
PROY-NMX-AA-115-SCFI-2001	Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.
PROY-NMX-AA-116-SCFI-2001	Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.
AWWA Método-5210 B	"Biochemical Oxigen Demand (BOD)", Standard Methods for Examination of Water and

Wastewater, American Public Health Association

(APHA), American Water Works Association



(AWWA), Water Pollution Control Federation (WPCF), 19a Ed.

Criterios Ecológicos de Calidad del Agua, publicados en el Diario Oficial de la Federación el 13 de diciembre de 1989.

Sawyer, C.N. y P.L. McCarty, "Chemistry for Environmental Engineering", McGraw-Hill Tokio, 1978.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

MÉXICO D.F., A EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

MIGUEL AGUILAR ROMO

JADS/AFO/DLR/MRG.

Acronyms

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

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

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

SIGLAS

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 $(Cr_2O_7^{2-})$ es equivalente a 3 moles de Oxígeno

. LIII

Ε

efluente

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

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 \leq 0.0005 g. LV

materia orgánica

. LIII

Ρ

Planta de Tratamiento de Aguas Residuales

. LIII

GLOSARIO

Potencial Hidrógeno

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

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

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° 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 μ m secado y llevado a masa constante a una temperatura de 105 °C \pm 2 °C. LIII

Sólidos Suspendidos Volátiles

Son aquellos sólidos suspendidos que se volatilizan en la calcinación a 550 °C \pm 50 °C. LIII

V

Velocidad de Utilización de Oxígeno

. LIII

GLOSARIO