



# UNIVERSIDAD AUTÓNOMA CHAPINGO

## DEPARTAMENTO DE IRRIGACIÓN



# MANUAL DE PRÁCTICAS DEL LABORATORIO DE AGUAS Y SUELO

## INDICE

|   |     |
|---|-----|
| MUESTREO DE CUERPOS RECEPTORES.....   | 1 - |
| 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....   | 1 - |
| 2 DEFINICIONES.....   | 1 - |
| 3 APARATOS Y EQUIPO .....   | 2   |
| 4 PROCEDIMIENTO.....  | 3   |
| 5 APENDICE.....   | 5   |
| ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE ACIDEZ Y ALCALINIDAD EN<br>AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS..... | 6   |
| INTRODUCCIÓN.....   | 6   |
| 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....   | 6   |
| 2 PRINCIPIO DEL MÉTODO .....  | 6   |
| 3 DEFINICIONES .....  | 6   |
| 4 EQUIPO Y MATERIALES.....  | 10  |
| 5 REACTIVOS Y PATRONES .....  | 10  |
| 6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE<br>MUESTRAS.....  | 12  |
| 7 CONTROL DE CALIDAD .....  | 12  |
| 10 CÁLCULOS .....   | 15  |
| 11 INTERFERENCIAS .....   | 16  |
| 12 SEGURIDAD .....  | 16  |
| 3 MANEJO DE RESIDUOS .....  | 16  |
| 14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.....   | 18  |
| ANÁLISIS DE AGUA, DETERMINACIÓN DE BORO EN AGUAS NATURALES,<br>RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.....                  | 19  |
| INTRODUCCIÓN.....   | 19  |
| 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....   | 19  |
| 2 PRINCIPIO DEL MÉTODO .....  | 19  |
| 3 DEFINICIONES .....  | 19  |
| 4 EQUIPO Y MATERIALES.....  | 23  |
| 5 REACTIVOS Y PATRONES .....  | 24  |
| 6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE<br>MUESTRAS.....  | 24  |
| 7 CONTROL DE CALIDAD .....  | 25  |
| 8 CALIBRACIÓN.....  | 25  |
| 9 PROCEDIMIENTO .....   | 26  |
| 10 CÁLCULOS.....  | 26  |
| 11 INTERFERENCIAS .....   | 28  |
| 12 SEGURIDAD .....  | 28  |
| 13 MANEJO DE RESIDUOS .....   | 28  |
| 14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.....   | 29  |
| ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL EN AGUAS<br>NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.....         | 30  |
| INTRODUCCIÓN .....  | 30  |
| 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....   | 30  |
| 2 PRINCIPIO DEL MÉTODO .....  | 30  |
| 3 DEFINICIONES .....  | 30  |
| 4 EQUIPO Y MATERIALES.....  | 33  |

|   |   |    |    |
|---|---|----|----|
| 5   | REACTIVOS Y PATRONES.....                                   | 34 |    |
| 6   | RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS..... | 36 |    |
| 7   | CONTROL DE CALIDAD.....                                     | 36 |    |
| 8   | CALIBRACIÓN.....  | 37 |    |
| 9   | PROCEDIMIENTO.....  | 37 |    |
| 10  | CÁLCULOS.....   | 37 |    |
| 11  | INTERFERENCIAS.....   | 38 |    |
| 12  | SEGURIDAD.....  | 38 |    |
| 13  | MANEJO DE RESIDUOS.....                                     | 39 |    |
| 15  | CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.....                | 39 |    |
| ANÁLISIS DE AGUA, DETERMINACIÓN DE CLORUROS TOTALES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.....             |   |    |    |
| INTRODUCCIÓN.....   |   |    | 40 |
| 1   | OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....                         | 40 |    |
| 2   | PRINCIPIO DEL MÉTODO.....                                   | 40 |    |
| 3   | DEFINICIONES.....   | 40 |    |
| 4   | EQUIPO Y MATERIALES.....                                    | 44 |    |
| 5   | REACTIVOS Y PATRONES.....                                   | 44 |    |
| 6   | RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS..... | 45 |    |
| 7   | CONTROL DE CALIDAD.....                                     | 45 |    |
| 8   | CALIBRACIÓN.....  | 46 |    |
| 9   | PROCEDIMIENTO.....  | 46 |    |
| 10  | CÁLCULOS.....   | 47 |    |
| 11  | INTERFERENCIAS.....   | 47 |    |
| 12  | SEGURIDAD.....  | 47 |    |
| 13  | MANEJO DE RESIDUOS.....                                     | 48 |    |
| 14  | CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.....                | 48 |    |
| ANÁLISIS DE AGUA, DETERMINACIÓN DEL ION SULFATO.....  |   |    |    |
| INTRODUCCIÓN.....   |   |    | 49 |
| 1   | OBJETIVO.....   | 49 |    |
| 2   | CAMPO DE APLICACIÓN.....                                    | 49 |    |
| 3   | REFERENCIAS.....  | 49 |    |
| 4   | DEFINICIONES.....   | 49 |    |
| 5   | METODO GRAVIMETRICO.....                                    | 50 |    |
| 6   | METODO TURBIDIMETRICO.....                                  | 52 |    |
| DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE NITRATO, POR EL MÉTODO ESPECTROFOTOMETRITO ULTRAVIOLETA PARA LA CONTAMINACIÓN DEL AGUA..... |   |    |    |
| INTRODUCCIÓN.....   |   |    | 55 |
| 1   | OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION.....                         | 55 |    |
| 2   | REFERENCIAS.....  | 55 |    |
| 3   | RESUMEN.....  | 55 |    |
| 4   | MATERIAL Y EQUIPO.....                                      | 55 |    |
| 5   | REACTIVOS.....  | 56 |    |
| 6   | CURVA DE CALIBRACION.....                                   | 56 |    |
| 7   | INTERFERENCIAS.....   | 56 |    |
| 8   | MUESTREO Y ALMACENAMIENTO.....                              | 57 |    |
| 9   | PROCEDIMIENTO.....  | 57 |    |
| 10  | CÁLCULOS.....   | 57 |    |
| VOCABULARIO DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE Y CALIDAD DEL AGUA - PARTE 1.....   |   |    | 58 |

|  |  |    |
|--|--|----|
| INTRODUCCIÓN.....                                    |  | 58 |
| 1  | OBJETIVO.....  | 58 |
| 2  | TERMINOS RELATIVOS A TIPOS DE AGUA:.....   | 58 |
| 3  | TERMINOS RELATIVOS AL TRATAMIENTO Y ALMACENAMIENTO DE AGUA Y DE AGUA RESIDUAL.....                             | 60 |
| 4  | TERMINOS COMPLEMENTARIOS RELATIVOS AL TRATAMIENTO Y ALMACENAMIENTO DE LAS AGUAS Y DE LAS AGUAS RESIDUALES..... | 66 |
| 5  | TERMINOS EMPLEADOS EN EL CAMPO DEL MUESTREO DE AGUA.....   | 68 |
| 6  | TERMINOS EMPLEADOS EN EL CAMPO DEL ANALISIS DEL AGUA.....  | 69 |
| 7  | TERMINOS DIVERSOS.....   | 76 |
| 8  | CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.....   | 76 |
| DETERMINACIÓN DE LA CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA..... |  | 77 |
| INTRODUCCIÓN.....                                    |  | 77 |
| 1  | OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....  | 77 |
| 2  | PRINCIPIO.....   | 77 |
| 3  | DEFINICIONES.....  | 79 |
| 4  | REACTIVOS Y PATRONES.....  | 84 |
| 5  | MATERIALES.....  | 85 |
| 6  | EQUIPO.....  | 86 |
| 7  | RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS.....  | 86 |
| 8  | CONTROL DE CALIDAD.....  | 87 |
| 9  | CALIBRACION.....   | 87 |
| 10   | PROCEDIMIENTO.....   | 88 |
| 11   | CÁLCULOS.....  | 90 |
| 12   | INTERFERENCIAS.....  | 91 |
| 13   | SEGURIDAD.....   | 91 |
| 14   | MANEJO DE RESIDUOS.....  | 91 |
| 15   | CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.....   | 91 |
| METODO IODOMETRICO.....                              |  | 92 |
| INTRODUCCION.....                                    |  | 92 |
| 1.   | OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION.....  | 92 |
| 2.   | REFERENCIAS.....   | 92 |
| 3.   | PRINCIPIO.....   | 92 |
| 4.   | INTERFERENCIAS.....  | 93 |
| 5.   | MATERIAL.....  | 93 |
| 6.   | REACTIVOS.....   | 93 |
| 7.   | MUESTREO Y ALMACENAMIENTO.....   | 94 |
| 8.   | PROCEDIMIENTO.....   | 95 |
| 9.   | CALCULOS.....  | 95 |
| 10.  | CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.....   | 96 |



## MUESTREO DE CUERPOS RECEPTORES

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma establece los lineamientos generales y recomendaciones para el muestreo en cuerpos receptores de aguas superficiales, excluyendo aguas estuarinas y aguas marinas, con el fin de determinar sus características físicas, químicas y bacteriológicas, debiéndose observar las modalidades indicadas en las Normas de Métodos de Prueba correspondientes.

### 2 DEFINICIONES

Para los efectos de esta norma, se tienen las siguientes definiciones.

#### 2.1 Cuerpo Receptor

Toda red colectora, río, cuenca, cauce, vaso o depósito de aguas que son susceptibles de recibir directa o indirectamente la descarga de aguas residuales.

#### 2.2 Descarga

Conjunto de aguas residuales que se vierten o disponen en algún cuerpo receptor.

#### 2.3 Aguas Residuales

Líquido de composición variada proveniente de usos municipal, industrial, comercial, agrícola, pecuario o de cualquier otra índole, ya sea pública o privada, y que por tal motivo haya sufrido degradación o alteración en su calidad original.

#### 2.4 Capacidad de Dilución

Cantidad de cualquier elemento, compuesto o sustancia que puede recibir un cuerpo receptor en forma tal que no exceda en ningún momento ni lugar la concentración máxima de dicho elemento, compuesto o sustancia establecida en la Norma de Calidad del cuerpo receptor correspondiente, tomando como base el gasto normal de diseño o volumen normal de diseño.

#### 2.5 Red de Muestreo

Conjunto de sitios seleccionados para tomar las muestras.



## 3 APARATOS Y EQUIPO

### 3.1 Recipientes para el transporte y conservación de las muestras 3.1.1 Material de los Recipientes

Los recipientes para las muestras deben ser de materiales inertes al contenido de las mismas. En el caso de los recipientes para muestras a las que se les vá a efectuar análisis bacteriológicas deben ser de material resistentes a presiones y temperaturas requeridas para la esterilización.

### 3.1.2 Tapas o Cierres

Las tapas deben proporcionar un cierre hermético en los recipientes y ser de un material afín al del recipiente.

### 3.1.3 Preparación de los Recipientes

Los recipientes deben tratarse para eliminar cualquier sustancia que altere los resultados de los análisis.

### 3.1.4 Capacidad de los Recipientes

Los recipientes deben tener una capacidad mínima de 2 dm<sup>3</sup> (litros). En el caso de los recipientes para análisis bacteriológicos la capacidad debe ser no mayor de 250 cm<sup>3</sup>.

### 3.2 Etiquetas para las Muestras

3.2.1 Se deben tomar las precauciones necesarias para que en cualquier momento sea posible identificar las muestras. Se deben emplear etiquetas pegadas o colgadas, o numerar los frascos anotándose la información en una hoja de registro.

Estas etiquetas deben contener como mínimo la siguiente

información: Cuerpo receptor en estudio.

Número y nombre de la

estación. Identificación de la

descarga. Número de la

muestra.

Fecha y hora de muestreo.

Nombre y firma de la persona que efectúa el

muestreo. Análisis a efectuar.

Se debe utilizar papel y tinta tales, que no sufran alteraciones con el agua.



### 3.2.2 Hoja de Registro

3.2.2.1 Se debe llevar una hoja de registro con la información que permite identificar el origen de la muestra y todos los datos que en un momento dado permiten repetir el muestreo.

3.2.2.2 La hoja de registro debe contener la siguiente

información: Los datos citados en el inciso 3.2.1.

Resultados de pruebas de campo practicadas en la zona estudiada, sobre diferentes planos de la misma.

Temperatura ambiental, temperatura del agua, pH y

gasto. Localización de las estaciones de muestreo.

Descripción detallada de las estaciones de muestreo, de manera que cualquier persona pueda tomar otras muestras en el mismo lugar.

### 3.3 Equipo de Recolección de Muestras

#### 3.3.1 Muestreadores automáticos

Se permite su empleo siempre y cuando se operen de acuerdo con las instrucciones del fabricante del equipo muestreador, dándoles el correcto y adecuado mantenimiento, asegurándose de obtener muestras representativas del cuerpo receptor.

#### 3.3.2 Recipiente muestreador

Debe reunir las siguientes características:

3.3.2.1 Ser de material inerte al tipo de aguas del cuerpo receptor.

3.3.2.2 Estar provisto de un mecanismo, que permita el muestreo a diferentes niveles.

3.3.2.3 Su capacidad debe ser tal, que la muestra sea representativa del estrato o nivel muestreado.

3.3.3 Material Común de Laboratorio.

## 4 PROCEDIMIENTO

4.1 Cualquiera que sea el método de muestreo específico que se aplique a cada caso, debe cumplir con los siguientes requisitos:



4.1.1 Las muestras deben ser representativas de las condiciones que existan en el sitio y hora de muestreo y tener el volumen suficiente, para efectuar con él las determinaciones correspondientes.

4.1.2 Para el muestreo en cuerpos receptores, se debe establecer una red de muestreo que represente las condiciones particulares del cuerpo receptor, debiéndose tomar las muestras en la parte superior, media o inferior.

4.1.3 Con el objeto de conocer las variaciones de las condiciones particulares del cuerpo receptor, se debe establecer un ciclo anual de muestreo que cubra las épocas de precipitación pluvial y estiaje.

4.1.4 Al efectuarse el muestreo deben anotarse los datos según se indica en los incisos 3.2.1. y 3.2.2.2.

### 4.2 Muestreo en Corrientes

Se debe muestrear y aforar en los siguientes puntos:

4.2.1 Aguas arriba de la descarga, a una distancia tal, que no se manifieste influencia de ésta.

4.2.2 En la descarga misma, lo más próximo posible a su desembocadura al cuerpo receptor.

4.2.3 Aguas abajo de la descarga, a una distancia tal, que se considere se haya efectuado una mezcla uniforme de la descarga en el cuerpo receptor.

4.2.4 Se recomienda muestrear a una distancia tal, que se considere que el cuerpo receptor haya absorbido el efecto de la descarga, para apreciar el grado de recuperación del cuerpo receptor.

4.2.5 Para fines de estudio del cuerpo receptor, se debe muestrear en aquellos sitios en que se aprecien cambios fuertes de sección, caídas, zonas cubiertas de lirio u otros organismos eutroficantes.

### 4.3 Muestreo en lagos, lagunas, presas y embalses

Los sitios de muestreo, además de los indicados en el inciso 4.1.2, deben ser:

4.3.1 En los afluentes, antes de desembocar al cuerpo receptor.

4.3.2 Dentro del cuerpo receptor, donde se aprecie una mezcla uniforme con los afluentes.

4.3.3 En las salidas del cuerpo receptor.

### 4.4 Cierre de los recipientes de muestreo

Las tapas o cierres de los recipientes deben fijarse de tal forma que se evite el derrame de la muestra.

### 4.5 Transporte de las Muestras



4.5.1 Durante el tiempo de transporte de la muestra, del sitio de muestreo al laboratorio, las muestras deben mantenerse a baja temperatura, bajo las condiciones específicas del análisis a efectuar. (ver inciso 5.1.2).

4.5.2 El tiempo de transporte de las muestras al laboratorio, dependerá del tipo de análisis a desarrollar y de los preservativos empleados.

#### 4.6 Preservación de las Muestras

Sólo se permite agregar a las muestras los preservativos indicados en las Normas de Métodos de Prueba.

## 5 APENDICE

### 5.1 Observaciones

5.1.1 Es muy importante tomar las debidas precauciones de seguridad y de higiene en el muestreo, en función del tipo de cuerpo receptor que se esté muestreando.

5.1.2 Se recomienda mantener las muestras a una temperatura de  $4^{\circ}\text{C}$  "  $2^{\circ}\text{C}$ .



## ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE ACIDEZ Y ALCALINIDAD EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS

### INTRODUCCIÓN

La acidez se refiere a la presencia de sustancias disociables en agua y que como producto de disociación generan el ión hidronio ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ), como son los ácidos fuertes, ácidos débiles y de fuerza media; también la presencia de ciertos cationes metálicos como el Fe (III) y el Al (III) contribuyen a la acidez del medio.

La alcalinidad se refiere a la presencia de sustancias hidrolizables en agua y que como producto de hidrólisis generan el ión hidroxilo ( $\text{OH}^-$ ), como son las bases fuertes, y los hidróxidos de los metales alcalinotérreos; contribuyen también en forma importante a la alcalinidad los carbonatos y fosfatos. La presencia de boratos y silicatos en concentraciones altas también contribuyen a la alcalinidad del medio.

Una medida de la acidez total del medio es la cantidad de base fuerte que es necesario añadir a una muestra para llevar el pH a un valor predeterminado coincidente con el vire de la fenolftaleína. Una medida de la alcalinidad total del medio es la cantidad de ácido fuerte que es necesario añadir a una muestra para llevar el pH a un valor predeterminado coincidente con el vire del naranja de metilo.

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de prueba para la determinación de acidez y alcalinidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

Este método está basado en la medición de la acidez o alcalinidad en el agua por medio de una valoración de la muestra empleando como disolución valorante un álcali o un ácido según sea el caso de concentración perfectamente conocida.

### 3 DEFINICIONES

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

3.1 Acidez total

Es la cantidad de iones hidronio ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) en la muestra acuosa y se determina como la capacidad cuantitativa de una muestra de agua para reaccionar con una base fuerte hasta un pH de 8,3.



### 3.2 Aguas naturales

Agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, de tormenta residual y superficial.

### 3.3 Aguas residuales

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

### 3.4 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. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se llevó a cabo.

### 3.5 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.

### 3.6 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.

### 3.7 Descarga

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

### 3.8 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 fórmula:

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



en donde:

$x_i$  es el resultado de la i-ésima medición, y  
 $\bar{x}$  es la media aritmética de los n resultados considerados.

### 3.9 Disolución estándar

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

### 3.10 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.

### 3.11 Material de referencia

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

### 3.12 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.

### 3.13 Medición

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

### 3.14 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

### 3.15 Muestra compuesta

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

### 3.16 Muestra simple

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

### 3.17 Parámetro



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

### 3.18 Patrón (de medición)

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

### 3.19 Patrón nacional (de medición)

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

### 3.20 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.

### 3.21 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.

### 3.22 Patrón secundario

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

### 3.23 Patrón de trabajo

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

### 3.24 Precisión

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:

$$X = \bar{X} \pm t_{\alpha/2} \frac{S}{\sqrt{n}}$$

donde:

-



- $\bar{x}$  es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
- $t_{\alpha/2}$  es el valor de la  $t$  de Student para un nivel de significancia del 95 %;
- $S$  es la desviación estándar de la muestra;
- $n$  es el número de réplicas, y
- $X$  es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

### 3.25 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.

### 3.26 Verificación de la calibración

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

## 4 EQUIPO Y MATERIALES

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

### 4.1 Equipo

- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg, y
- Estufa.

### 4.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado o en su caso debe estar calibrado.

- Bureta con certificado o en su caso debe estar calibrada.

Limpieza del material: Las botellas de polietileno para las muestras, deben lavarse con detergente libre de fosfatos, enjuagarse con agua y secarse a temperatura ambiente.

## 5 REACTIVOS Y PATRONES

Los reactivos que requiere el 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,  $\mu$ S/cm a 25°C: 5,0 máx,
- y c) pH: 5,0 a 8,0.

#### 5.1 Agua libre de CO<sub>2</sub>

Preparar todas las disoluciones con agua destilada o desionizada que ha sido hervida recientemente durante 15 min y enfriar a temperatura ambiente. Al final el pH del agua debe ser  $\approx$  6 y su conductividad  $< 2 \mu$ S/cm.

- 5.2 Bifalato de potasio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)
- 5.3 Carbonato de sodio anhidro (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) patrón primario
- 5.4 Ácido sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), o ácido clorhídrico concentrado (HCl)
- 5.5 Naranja de metilo
- 5.6 Fenoltaleína
- 5.7 Hidróxido de sodio (NaOH)
- 5.8 Peróxido de hidrógeno al 30 % v/v (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)
- 5.9 Tiosulfato de sodio pentahidratado (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 5H<sub>2</sub>O)
- 5.10 Etanol
- 5.11 Cloroformo
- 5.12 Disolución de ácido sulfúrico o ácido clorhídrico (0,1 N). Diluir 8,3 mL de ácido clorhídrico concentrado ó 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.4) en 1L con agua libre de CO<sub>2</sub>.
- 5.13 Disolución de ácido sulfúrico o clorhídrico (0,02 N). Diluir 200 mL de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico 0,1 N (ver inciso 5.12) a 1 L de agua.
- 5.14 Disolución de hidróxido de sodio (0,1 N). Pesar aproximadamente y con precisión 4,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.7) disolver y diluir a 1 L con agua.
- 5.15 Disolución de hidróxido de sodio (0,02 N). Transferir 200 mL de la solución de NaOH 0,1 N (ver inciso 5.14) a un matraz volumétrico de 1L. Diluir a 1L con agua.
- 5.16 Disolución de tiosulfato de sodio pentahidratado (0,1 M). Pesar aproximadamente y con precisión 25,0 g de tiosulfato de sodio (ver inciso 5.9) y diluir a 1 L con agua (agregar 5 mL de cloroformo (ver inciso 5.11) como preservador.
- 5.17 Disolución indicadora de naranja de metilo. Pesar aproximadamente y con precisión 0,5 g del colorante naranja de metilo (ver inciso 5.5) y



aforar a 1L con agua. Filtrar la disolución fría para remover cualquier precipitado que se forme. O bien, pesar aproximadamente y con precisión 0,5 g de la sal de sodio (ver inciso 5.5) y diluir a 1 L con agua, si es necesario filtrar cuando esté fría la disolución.

- 5.18 Disolución indicadora de fenoltaleína. Pesar aproximadamente y con precisión 5,0 g de fenoltaleína (ver inciso 5.6) y disolver en 500 mL de etanol, (ver inciso 5.10) añadir 500 mL de agua con agitación constante. Filtrar si hay formación de precipitado.

## 6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 6.1 Recolectar por lo menos 500 mL de muestra en frascos de vidrio, polietileno o polipropileno. Siempre debe enjuagarse el frasco con una porción de la muestra.
- 6.2 Llenar las botellas completamente y tapar herméticamente, ya que las muestras de aguas residuales pueden estar sujetas a la acción microbiana y a pérdidas o ganancias de CO<sub>2</sub> u otros gases cuando se exponen al aire. Evitar la agitación de la muestra y su exposición prolongada al aire.
- 6.3 Conservar a una temperatura de 0°C a 4 °C hasta su análisis.
- 6.4 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 24 h.

## 7 CONTROL DE CALIDAD

- 7.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 7.2 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 verificó 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
    - h) 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.

7.3 Cada vez que se adquiera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.

## 8 CALIBRACIÓN

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

8.1 Material volumétrico

8.2 Balanza analítica

8.3 Bureta

## 9 PROCEDIMIENTO

9.1 Valoración de las disoluciones  
9.1.1 Valoración del ácido sulfúrico o ácido clorhídrico (0,02 N) (ver inciso 5.13). Pesar aproximadamente y con precisión 0,026 5 g del patrón primario de carbonato de sodio, secado 105°C (ver inciso 5.3), añadir unos 25 mL de agua y unas gotas de la disolución de naranja de metilo (ver inciso 5.17), valorar con el ácido hasta el vire del indicador (de canela a amarillo). Calcular la normalidad del ácido con la siguiente fórmula:

$$N = \frac{A}{\frac{000}{B \times 53}} \times 1$$

donde:

N es la normalidad del ácido usado, equivalentes/L.;  
A son los gramos de carbonato de sodio;  
B son los mL de ácido utilizados, y  
53 son los gramos por equivalente de carbonato de sodio.

9.1.2 Valoración del hidróxido de sodio (0,02 N) (ver inciso 5.15). Pesar aproximadamente y con precisión 0,102 g de biftalato de potasio secado a 105°C (ver inciso 5.2), añadir unos 25 mL de agua y unas gotas de la disolución de fenolftaleína (ver inciso 5.18), titular con la disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 5.15) hasta el vire del indicador (de incoloro a rosa). Calcular la normalidad del hidróxido con la siguiente fórmula:



$$N = \frac{A}{\frac{000}{B \times 204,2}} \times 1$$

donde:

N es la normalidad del hidróxido de sodio, equivalentes/L.;  
A son los gramos de biftalato de potasio;  
B son los mL de hidróxido de sodio utilizados, y  
204,2 son los gramos por equivalente de biftalato de potasio.

9.2 Acidez

9.2.1 Pretratamiento de la muestra

En caso de detectarse la presencia de cloro residual, eliminar la interferencia añadiendo 0,1 mL de la disolución de tiosulfato de sodio 0,1 M (ver inciso 5.16).

Si la muestra se encuentra libre de iones metálicos hidrolizables y cationes polivalentes en su forma reducida, proceder como se indica a partir del inciso 9.2.2. Las muestras de desechos industriales y drenajes que contengan concentraciones mayores a 1 mg/L de iones metálicos, tales como hierro, aluminio, manganeso, deben tratarse con peróxido de hidrógeno caliente. Este tratamiento con peróxido caliente consiste en pasar 100 mL de muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Medir el pH, si el pH está alrededor de 4,0 adicionar alícuotas de 5,0 mL de ácido sulfúrico (0,02 N) valorada (ver inciso 9.1.1) hasta reducir el pH a menos de 4. Adicionar 5 gotas de peróxido de hidrógeno al 30 % (ver inciso 5.8) y hervir la muestra de 2 min a 5 min. Registrar el volumen total de ácido sulfúrico (0,02 N) agregado. Enfriar a temperatura ambiente y titular de acuerdo al procedimiento descrito en el inciso 9.2.2

9.2.2 Transferir 100 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 2 gotas de disolución indicadora de fenolftaleína (ver inciso 5.18) e introducir la barra magnética. Titular con disolución de hidróxido de sodio valorada (ver inciso 9.1.2) hasta el vire del indicador (de incoloro a rosa), registrar el volumen empleado en la titulación (acidez total).

9.2.3 Transferir 100 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 2 gotas de disolución indicadora de naranja de metilo (ver inciso 5.17) e introducir la barra magnética. Iniciar la agitación y titular con disolución de hidróxido de sodio valorada (ver inciso 9.1.2) hasta el vire del indicador, registrar el volumen empleado en la titulación. Calcular la acidez, tomando en cuenta el vire del indicador (de amarillo a canela)



(acidez al anaranjado de metilo).

- 9.3 Alcalinidad
- 9.3.1 Transferir 100 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- 9.3.2 Adicionar 2 gotas de disolución indicadora de fenolftaleína (ver inciso 6.18).
- 9.3.3 Titular con la disolución valorada de ácido (0,02 N) (ver inciso 9.1.1) hasta el vire de la fenolftaleína (de rosa a incoloro) (ver inciso 5.18), registrar los mililitros gastados (alcalinidad a la fenolftaleína). Adicionar 2 gotas de la disolución indicadora de naranja de metilo (ver inciso 5.17).
- 9.3.4 Continuar con la titulación hasta alcanzar el vire del naranja de metilo. (de canela a amarillo), alcalinidad total.
- 9.3.5 Registrar los volúmenes para ambos puntos finales.
- 9.3.6 Calcular la alcalinidad, tomando en cuenta el vire de los indicadores.

## 10 CÁLCULOS

- 10.1 Calcular la acidez total como  $\text{CaCO}_3$  en mg /L mediante la siguiente fórmula:

Ecuación 1:

$$\text{Acidez total como } \text{CaCO}_3 \text{ en mg /L} = \frac{(A \times B) - (C \times D) \times (50)(1\ 000)}{100}$$

donde:

- 100 es el volumen de la muestra en mL;
- A es el volumen de NaOH utilizado al vire de la fenolftaleína;
- B es la normalidad de la disolución de NaOH;
- C son los mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  utilizados en el tratamiento con peróxido;
- D es la normalidad del  $\text{H}_2\text{SO}_4$  utilizado;
- 50 es el factor para convertir eq/L a mg  $\text{CaCO}_3$ /L, y
- 1 000 es el factor para convertir mL a L.

- 10.2 Calcular la alcalinidad total como  $\text{CaCO}_3$  en mg /L, mediante la siguiente fórmula:

Ecuación 2:

$$\text{Alcalinidad total como } \text{CaCO}_3 \text{ en mg /L} = \frac{A \times N (50)(1\ 000)}{100}$$

donde:

- A es el volumen total gastado de ácido en la titulación al vire del anaranjado de metilo en mL;
- N es la normalidad de la disolución de ácido;
- 100 es el volumen de la muestra en mL;
- 50 es el factor para convertir eq/L a mg  $\text{CaCO}_3$ /L, y
- 1 000 es el factor para convertir mL a L.



- 10.3 Reporte de resultados

Reportar la acidez y/o alcalinidad en mg  $\text{CaCO}_3$ /L con la precisión correspondiente.

## 11 INTERFERENCIAS

- 11.1 No deben eliminarse los sólidos suspendidos de la muestra, ya que pueden contribuir a su acidez o alcalinidad.
- 11.2 Las muestras que contienen iones oxidables o hidrolizables como: Hierro (ferroso y férrico), aluminio y manganeso en concentraciones altas, causan desviaciones en los puntos finales.

## 12 SEGURIDAD

- 12.1 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.
- 12.2 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 sustancias químicas especificadas en este método. Debe tenerse un archivo de referencias de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 12.3 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.
- 12.4 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 estos.
- 12.5 El ácido sulfúrico es un compuesto químico que 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.
- 12.6 Cuando se diluyen, ácidos y bases fuertes, debe evitarse el contacto con la piel y vías respiratorias.

## 3 MANEJO DE RESIDUOS

Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referente al manejo de residuos, particularmente



las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

- 13.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su Programa de Control de Calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- 13.2 Los desechos ácidos se deben neutralizar para su posterior desecho.
- 13.3 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

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-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

ASTM D-1252-83 "Standard Test Method for Chemical Oxygen Demand in Water", American Society for Testing Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, vol. 11.02, pp 62-68, 1994.

Method 2310 - "Acidity", "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", American Public Health Association, Washington, DC 20005, 19th Edition., 1995, pp. 23-25.

Method 305.2, "Acidity", Manual of Methods for Chemical Analysis of Water and



Waste, Environmental Protection Agency, U.S.A., 1983.

Method 310.1, "Alkalinity (Titrimetric)", Manual of Methods for Chemical Analysis of Water and Waste, Environmental Protection Agency, U.S., 1983.

Method 310.2, "Alkalinity (Colorimetric)", Manual of Methods for Chemical Analysis of Water and Waste, Environmental Protection Agency, U.S., 1983.

Method 01-1001, "Method for The Analysis of Acidity and Alkalinity in Precipitation, Surface and Ground waters by Electrometric Titration", National Laboratory for Environmental Testing, "Manual of Analytical Methods", Canadá Centre for Inland Waters, Canadá Ontario, 1994, pp. 1-20.

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

#### 14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

## ANÁLISIS DE AGUA, DETERMINACIÓN DE BORO EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS

### INTRODUCCIÓN

El boro es esencial para el crecimiento de las plantas, pero un exceso de éste en el agua de riego afecta su desarrollo, aunque algunas plantas presentan problemas en su crecimiento cuando las concentraciones son muy bajas, por lo general menores a 1 mg/L. El agua potable contiene concentraciones muy bajas de boro que se consideran inocuas para el ser humano. Sin embargo, cuando se ingieren cantidades altas de boro por un tiempo prolongado, el sistema nervioso central puede verse afectado, ocasionando un síndrome que en medicina se denomina borismo.

El boro se encuentra en forma natural en el agua pero se puede encontrar en concentraciones mayores debido a desechos de productos de limpieza e industriales.

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de prueba para la determinación de boro en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método para determinar boro en aguas naturales y residuales se basa en la medición espectrofotométrica a partir de la formación de un compuesto rojo denominado rosocianina, producido por el boro de la muestra con la curcumina y el ácido clorhídrico. La reacción se lleva a cabo a 55°C y posteriormente se lleva a sequedad. El residuo se disuelve con alcohol isopropílico y se mide espectrofotométricamente a 540 nm.

Con este método sólo se determina boro disuelto, ya que se requiere que las muestras de agua se filtren a través de una membrana de 0,45 µm antes del análisis.

El método de la curcumina se aplica para la determinación de boro en un intervalo de concentraciones entre 0,1 mg B/L y 1,0 mg B/L.

### 3 DEFINICIONES

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

#### 3.1 Aguas naturales

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

#### 3.2 Aguas residuales

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

#### 3.3 Análisis de blanco analítico

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

#### 3.4 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. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se llevó a cabo.

#### 3.5 Blanco

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

#### 3.6 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.

#### 3.7 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.

#### 3.8 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.

#### 3.9 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 fórmula:



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

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

### 3.10 Disolución estándar

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

### 3.11 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.

### 3.12 Exactitud

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

### 3.13 Límite de cuantificación del método (LCM)

Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método

### 3.14 Límite de detección del método (LDM)

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

### 3.15 Material de referencia

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

### 3.16 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.

### 3.17 Medición

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

### 3.18 Mensurando



Magnitud particular sujeta a medición.

### 3.19 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.

### 3.20 Muestra simple

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

### 3.21 Parámetro

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

### 3.22 Patrón (de medición)

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

### 3.23 Patrón nacional (de medición)

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

### 3.24 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.

### 3.25 Patrón secundario

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

### 3.26 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.

### 3.27 Patrón de trabajo

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

### 3.28 Precisión

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:

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

donde:

- $\bar{x}$  es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
- $t_{\alpha/2}$  es el valor de la  $t$  de Student para un nivel de significancia del 95 %;
- $s$  es la desviación estándar de la muestra;
- $n$  es el número de réplicas, y
- $x$  es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

### 3.29 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

### 3.30 Verificación de la calibración

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

## 4 EQUIPO Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para este método.

### 4.1 Equipo

- 4.1.1 Baño de agua caliente. Con capacidad de control de temperatura a 55°C ± 2°C
- 4.1.2 Espectrofotómetro disponible para utilizarse de 190 nm a 900 nm y equipado con celda, de 1 cm de paso óptico de luz
- 4.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

### 4.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado.

NOTA.- Todo el material del laboratorio utilizado en el desarrollo de este método debe ser de plástico o libre de boro.

- 4.2.1 Cápsulas de evaporación con capacidad de 100 a 150 mL

## 5 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico, 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.

- 5.1 Ácido bórico (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>)
- 5.2 Ácido oxálico (H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>•2H<sub>2</sub>O)
- 5.3 Ácido clorhídrico concentrado (HCl)
- 5.4 Curcumina
- 5.5 Alcohol isopropílico (CH<sub>3</sub>CHOHCH<sub>3</sub>) o alcohol etílico (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH)
- 5.6 Ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>)
- 5.7 Disolución patrón de boro (1,00 mL de disolución estándar = 1,00 mg de Boro). Secar alrededor de 10 g de ácido bórico (ver inciso 5.1) en un desecador que contenga sílica gel como desecante por 24 h. Si se calienta el ácido bórico, gradualmente pierde agua, cambiando primero a ácido metabórico y completamente deshidratado a óxido de boro anhidro. Por lo tanto es importante prevenir la entrada de humedad atmosférica al envase que contenga al ácido bórico. Pesar aproximadamente y con precisión 5,719 g de ácido bórico seco en agua y aforar a 1 L de agua. Guardar la disolución en un envase de plástico o en un contenedor libre de boro.
- 5.8 Disolución intermedia de boro (1,00 mL de disolución intermedia = 10 µg de boro). Tomar una alícuota de 10,0 mL de la disolución patrón de boro (ver inciso 5.7) con una pipeta volumétrica, transferir a un matraz volumétrico de 1 L y aforar con agua. Guardar la disolución en un contenedor de plástico o libre de boro.
- 5.9 Disolución de curcumina. Pesar aproximadamente y con precisión 40 mg de curcumina (ver inciso 5.4) y 5 g de ácido oxálico (ver inciso 5.2), diluir en 80 mL de alcohol isopropílico o alcohol etílico (ver inciso 5.5). Adicionar 4,0 mL de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 5.3) y aforar a 100 mL con alcohol isopropílico o alcohol etílico (ver inciso 5.5). La disolución es estable por varios días si se mantiene a 4°C
- 5.10 Disolución de ácido clorhídrico (1:19): Adicionar un volumen de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 5.3) a 19 volúmenes de agua.

## 6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 6.1 Debe tomarse un mínimo de 100 mL de muestra en un envase



de polietileno. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

- 6.2 Debe preservarse la muestra con ácido nítrico (ver inciso 5.6) hasta obtener un pH < 2. Posteriormente mantener a 4°C hasta su análisis.
- 6.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 6 meses.

## 7 CONTROL DE CALIDAD

- 7.1 Cada laboratorio que utilice este método debe a operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 7.2 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 verificó los análisis.
  - 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
    - h) 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.

- 7.3 Cada vez que se adquiera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.

## 8 CALIBRACIÓN

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

- 8.1 Material volumétrico
- 8.2 Balanza analítica
- 8.3 Espectrofotómetro. Calibrar el equipo de acuerdo a las instrucciones específicas del fabricante.
- 8.4 Curva de calibración. Preparar a partir de la disolución intermedia de boro (ver inciso 5.8), una serie de cuatro estándares que contengan de 0,10 µg a 1,00 µg de Boro, y preparar un blanco. Tomar una alícuota con la cantidad de Boro que se requiere para cada estándar 10, 50,



75 y 100 µL respectivamente y transferirla a una cápsula de evaporación. Añadir agua hasta tener un volumen final de 1,0 mL.

- 8.5 Desarrollar el color de los estándares de acuerdo a la ver inciso 10,0 y medir la absorbancia a 540 nm. En celdas de 1 cm de paso óptico.
- 8.6 Leer la absorbancia de cada uno de los estándares y el blanco comenzando con el de menor concentración.
- 8.7 Graficar los valores de absorbancia obtenidos contra la concentración de las disoluciones estándar, evaluar la calidad de la curva obteniendo el coeficiente de correlación.

## 9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Filtrar las muestras a través de un filtro de poro fino tan pronto como sea posible después del muestreo.
- 9.2 Para muestras entre 0,1 mg/L a 1,0 mg/L de boro, tomar una alícuota de 1 mL de muestra y colocarla en la cápsula de evaporación. Hacer un blanco en conjunción con las muestras desconocidas. Adicionar 4 mL de disolución de curcumina a cada muestra y estándar y posteriormente agitar suavemente para mezclar los contenidos.
- 9.3 Poner las cápsulas de evaporación en un baño de agua caliente que esté controlado a 55°C ± 2°C y evaporar la disolución hasta llevarla a sequedad. Dejar que transcurran 15 min, antes de remover. Enfriar a temperatura ambiente.
- 9.4 Adicionar 10 mL de alcohol isopropílico o alcohol etílico (ver inciso 5.5) a cada cápsula y agitar con una varilla de plástico para asegurar la completa disolución del complejo de color rojo, transferir el líquido a un matraz volumétrico de 25 mL. Lavar el contenido de cada cápsula de evaporación con otros 10 mL de alcohol isopropílico o alcohol etílico. Diluir hasta la marca usando alcohol isopropílico o alcohol etílico y mezclar completamente.
- 9.5 Si la disolución parece turbia, filtrar a través de un filtro de poro fino antes de leer la absorbancia de la muestra. Registrar la absorbancia de cada muestra y estándar a 540 nm.

## 10 CÁLCULOS

$$\text{mg /L de Boro} = (C \cdot D) / v$$

donde:





- C son los  $\mu\text{g}$  de boro en la muestra determinados con la ecuación de la recta de la curva de calibración;
- D es el factor de dilución, solo en caso que se haya diluido la muestra, y
- V es el volumen de muestra (mL).



## 11 INTERFERENCIAS

- 11.1 Concentraciones de nitratos que se encuentren por arriba de 20 mg/L interfieren con este método. Los niveles de dureza total, cercanos a 100 mg/L producen resultados altos por causa de la turbiedad que provocan dada su insolubilidad en alcohol isopropílico o alcohol etílico.
- 11.2 Si existe color en la muestra, este afecta las lecturas de absorbancia en el espectrofotómetro.

## 12 SEGURIDAD

- 12.1 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.
- 12.2 Este método puede no mencionar todas las normas de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las medidas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en éste método. Debe tenerse en un archivo de referencia las hojas de información de seguridad, el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 12.3 Cuando se trabaje con cualquiera de las sustancias descritas en este método, debe usar todo el tiempo equipo de seguridad, tal como: batas, guantes de látex y lentes de seguridad.

## 13 MANEJO DE RESIDUOS

- 13.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- 13.2 Los desechos ácidos se deben neutralizar para su posterior desecho.
- 13.3 Deben usarse bolsas de plástico para envasar los desechos. Todo el personal debe estar entrenado en el manejo de los mismos.
- 13.4 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a



alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

- 13.5 Las muestras líquidas con altos contenidos de boro deben envasarse en recipientes herméticos.

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

NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

D 3082- 92, "Standard Test Methods for Boron in Water", American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, Septiembre de 1992, pp. 447-450.

4500-B, "Boron", American Public Health Association, "Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater", USA, APHA, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp. 4-8, 4-9.

"Interlaboratory Study of PE Samples for Boron of January 1997", Analytical Products Group Inc. February 1997.

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

## 14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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



## ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.

### INTRODUCCIÓN

Este método especifica el procedimiento para determinación de dureza en agua por titulación. La dureza se entiende como la capacidad de un agua para precipitar al jabón y esto está basado en la presencia de sales de los iones calcio y magnesio. La dureza es la responsable de la formación de incrustaciones en recipientes y tuberías lo que genera fallas y pérdidas de eficiencia en diferentes procesos industriales como las unidades de transferencia de calor. El término dureza se aplicó en principio por representar al agua en la que era difícil (duro) de lavar y se refiere al consumo de jabón para lavado, en la mayoría de las aguas alcalinas esta necesidad de consumo de jabón está directamente relacionada con el contenido de calcio y magnesio.

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de análisis para la determinación de dureza total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método se basa en la formación de complejos por la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético con los iones calcio y magnesio. El método consiste en una valoración empleando un indicador visual de punto final, el negro de eriocromo T, que es de color rojo en la presencia de calcio y magnesio y vira a azul cuando estos se encuentran acomplexados o ausentes. El complejo del EDTA con el calcio y el magnesio es más fuerte que el que estos iones forman con el negro de eriocromo T, de manera que la competencia por los iones se desplaza hacia la formación de los complejos con EDTA desapareciendo el color rojo de la disolución y tornándose azul.

### 3 DEFINICIONES

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

#### 3.1 Aguas naturales

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

#### 3.2 Aguas residuales

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



### 3.3 Bitácora

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

### 3.4 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.

### 3.5 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.

### 3.6 Descarga

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

### 3.7 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 fórmula:

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

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

### 3.8 Disolución estándar

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

### 3.9 Material de referencia

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



### 3.10 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

### 3.11 Medición

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

### 3.12 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

### 3.13 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.

### 3.14 Muestra simple

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

### 3.15 Parámetro

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

### 3.16 Patrón (de medición)

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

### 3.17 Patrón nacional (de medición)

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

### 3.18 Patrón primario

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

### 3.19 Patrón secundario

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



agnitud.

3.20 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.

3.21 Patrón de trabajo

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

3.22 Precisión

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:

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

donde:

-

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

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

$s$  es la desviación estándar de la muestra;

$n$  es el número de réplicas, y

$x$  es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

3.23 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.

3.24 Verificación de la calibración

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

## 4 EQUIPO Y MATERIALES

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

4.1 Equipo

4.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

4.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este procedimiento debe ser clase A con certificado o en su caso debe estar calibrado.



4.2.1 Bureta de 25 mL ó 50 mL

## 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,  $\mu$ S/cm a 25°C: 5,0 Máx. y  
c) pH: 5,0 a 8,0.

5.1 Cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )

5.2 Cloruro de magnesio hexahidratado ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )

5.3 Amoníaco concentrado ( $\text{NH}_3$ )

5.4 Sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidratado (EDTA)

5.5 Sal de Magnesio de EDTA

5.6 Sulfato de magnesio heptahidratado ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )

5.7 Hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ )

5.8 Indicador de negro de eriocromo T

5.9 2-Aminoetanol (libre de aluminio y metales pesados).

5.10 Rojo de metilo

5.11 Carbonato de calcio anhidro ( $\text{CaCO}_3$ )

5.12 Ácido clorhídrico concentrado ( $\text{HCl}$ )

5.13 Cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ )

5.14 Acido nítrico ( $\text{HNO}_3$ )

5.15 Acido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

5.16 Acido perclórico ( $\text{HClO}_4$ )

5.17 Disolución amortiguadora. Pesar aproximadamente y con precisión 16,9 g de cloruro de amonio (ver inciso 5.1) y disolver en 143 mL de amoníaco concentrado (ver inciso 5.3). Añadir aproximadamente 1,25 g de sal de magnesio de EDTA (ver inciso 5.5) y diluir hasta 250 mL con agua.

5.17.1 Si no se dispone de sal de magnesio de EDTA, mezclar, aproximadamente 1,179 g de sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidratado (ver inciso 5.4) y 0,780 g de sulfato de magnesio heptahidratado (ver



inciso 5.6)  
o 0,644 g de cloruro de magnesio hexahidratado (ver inciso 5.2), diluir a 50 mL con agua.

Conservar la disolución amortiguadora en un recipiente plástico o de vidrio; se debe desechar la disolución cuando haya transcurrido más de un mes de su fecha de preparación o cuando al añadirse 1 mL ó 2 mL a la muestra, ésta no pueda producir un pH de 10,0 - 0,1. Tapar herméticamente para evitar pérdidas de amoníaco o adsorción de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>).

- 5.17.2 También pueden adquirirse en el mercado disoluciones amortiguadoras inodoras, las cuales constituyen una alternativa satisfactoria. Contienen sal de magnesio de EDTA y tienen la ventaja de ser relativamente inodoras y más estables que las amortiguadoras de NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/NH<sub>3</sub>. Por lo general, las disoluciones amortiguadoras inodoras no proporcionan un punto final tan favorable como los de NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/NH<sub>3</sub> a causa de su reacción más lenta y pueden resultar inútiles cuando el método está automatizado. Preparar una de las disoluciones amortiguadoras mezclando 55 mL de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 5.12) con 400 mL de agua destilada y a continuación añadir lentamente y agitando, 300 mL de 2- Aminoetanol (libre de aluminio y metales pesados) (ver inciso 5.9). Agregar aproximadamente 5,0 g de sal de magnesio de EDTA (ver inciso 5.5) y diluir hasta 1 L con agua destilada.
- 5.18 Indicador negro de eriocromo T. Pesar aproximadamente y con precisión 0,5 g de indicador negro de eriocromo T (ver inciso 5.8) y agregar 100 g de Cloruro de sodio (ver inciso 5.13) y triturar en el mortero hasta formar una mezcla homogénea. Guardar en un frasco color ámbar. Esta mezcla se conserva en buenas condiciones para su uso durante un año.
- 5.19 Indicador Rojo de Metilo. Pesar aproximadamente y con precisión 0,1 g de la sal de sodio del rojo de metilo (ver inciso 5.10) y aforar a 100 mL con agua.
- 5.20 Disolución de EDTA (aproximadamente 0,01 M). Pesar aproximadamente y con precisión 3,723 g de sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético dihidratada (ver inciso 5.4); disolver en agua y diluir a 1L. Valorar con una disolución de carbonato de calcio.
- 5.21 Disolución de carbonato de calcio (1mg/ml). Pesar aproximadamente y con precisión 1,0 g de carbonato de calcio anhidro (ver inciso 5.11) (patrón primario o reactivo especial bajo en metales pesados, álcalis y magnesio) en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Colocar un embudo en el cuello del matraz y añadir poco a poco el ácido clorhídrico (1:1) (ver inciso 5.23) hasta la disolución total del carbonato de calcio. Añadir 200 mL de agua y llevar a ebullición durante unos minutos para eliminar el CO<sub>2</sub>. Enfriar, añadir unas gotas de indicador rojo de metilo (ver inciso 5.10) y ajustar al color naranja intermedio por adición de amoníaco 3N o ácido clorhídrico (1:1), según se requiera. Transferir a un matraz y aforar a 1L con agua (1 mL = 1,0 mg de CaCO<sub>3</sub>).
- 5.22 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH) (aproximadamente 0,1 N). Pesar aproximadamente 4 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.7) y diluir



a 1L

- 5.23 Disolución de ácido clorhídrico (1:1). Tomar 100 mL de ácido clorhídrico (ver inciso 5.12) y diluya en 100 mL de agua

## 6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 6.1 Recolectar un volumen de muestra, homogéneo y representativo, de aproximadamente 400 mL en un frasco de polietileno o vidrio de borosilicato. Pueden utilizarse muestras simples y/o compuestas.
- 6.2 Acidificar la muestra con ácido nítrico hasta pH 2 o menor inmediatamente después de la recolección. Normalmente 2 mL/L son suficientes.
- 6.3 Mantener la muestra en refrigeración a 4°C hasta el momento del análisis. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis recomendado es de seis meses.

## 7 CONTROL DE CALIDAD

- 7.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 7.2 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 verificó los análisis.
  - 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
    - h) 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.

- 7.3 Cada vez que se adquiera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.



## 8 CALIBRACIÓN

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

- 8.1 Material volumétrico
- 8.2 Balanza analítica
- 8.3 Bureta de 25 mL ó 50 mL

## 9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Tratamiento previo de muestras de aguas contaminadas y residuales:
  - 9.1.1 Si la muestra contiene partículas o materia orgánica requiere un tratamiento previo al análisis. Se recomienda llevar a cabo una digestión con ácido nítrico - ácido sulfúrico ó ácido nítrico - ácido perclórico y ajustar posteriormente el pH de la disolución a un valor de 9, utilizando disolución de amoníaco.
- 9.2 Titulación de muestras:
  - 9.2.1 Colocar 50 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
  - 9.2.2 Añadir 1 mL ó 2 mL de disolución amortiguadora (ver inciso 5.15). Generalmente un mL es suficiente para alcanzar un pH de 10,0 a 10,1.
  - 9.2.3 Añadir una cantidad adecuada (0,2 g) del indicador eriocromo negro T (ver inciso 5.8). La muestra debe tomar un color vino rojizo.
  - 9.2.4 Titular con la disolución de EDTA 0,01 M (ver inciso 5.20) agitando continuamente hasta que desaparezcan los últimos matices rojizos. Añadir las últimas gotas con intervalos de 3 s a 5 s. En el punto final la muestra cambia de color rojizo a azul.

## 10 CÁLCULOS

- 10.1 Calcular la dureza total como se indica en la siguiente ecuación:

$$\text{Dureza total expresada como CaCO}_3 \text{ (mg/L)} = \frac{(A-B) \times C \times 1.000}{D}$$

donde:

- A son los mL de EDTA gastados en la titulación en la muestra;
- B son los mL de EDTA gastados en la titulación en el blanco (si fue utilizado);
- C son los mg de CaCO<sub>3</sub> equivalentes a 1 mL de EDTA,
- D son los mL de muestra.

- 10.2 Expresar la dureza total como mg/L CaCO<sub>3</sub> con la



precisión correspondiente.

## 11 INTERFERENCIAS

- 11.1 El EDTA forma complejos con hierro, manganeso, cobre, zinc, plomo, cobalto, níquel, bario, estroncio y algunos otros metales.
- 11.2 En la titulación de calcio<sup>2+</sup> y magnesio, los estados altos de oxidación del manganeso reaccionan rápidamente con el indicador para formar productos de oxidación incoloros
- 11.3 Los iones ortofosfato y sulfato interfieren en concentraciones que excedan de 500 mg/L y 10 000 mg/L respectivamente.
- 11.4 En presencia de aluminio en concentraciones mayores de 10 mg/L, el color azul que indica el punto final de la titulación puede aparecer y en poco tiempo puede regresar a rojizo.
- 11.5 La materia orgánica coloidal o en suspensión también puede interferir en el punto final.

## 12 SEGURIDAD

- 12.1 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.
- 12.2 Este método puede no mencionar todas las normas de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias 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.
- 12.3 Este método requiere del uso de ácido clorhídrico. El ácido clorhídrico es un compuesto químico altamente corrosivo que debe manejarse con extremo cuidado.
- 12.4 La preparación de la disolución amortiguadora usada en este método debe realizarse dentro de una campana de extracción. Consultar las hojas de seguridad sobre manipulación y disposición de estos productos.
- 12.5 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.
- 12.6 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 estos.

### 13 MANEJO DE RESIDUOS

Es la 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.

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

### 15 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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



## ANÁLISIS DE AGUA, DETERMINACIÓN DE CLORUROS TOTALES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS

### INTRODUCCIÓN

El ión cloruro es uno de los iones inorgánicos que se encuentran en mayor cantidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, su presencia es necesaria en aguas potables. En agua potable, el sabor salado producido por la concentración de cloruros es variable. En algunas aguas conteniendo 25 mg Cl/L se puede detectar el sabor salado si el catión es sodio. Por otra parte, éste puede estar ausente en aguas conteniendo hasta 1g Cl/L cuando los cationes que predominan son calcio y magnesio.

Un alto contenido de cloruros puede dañar estructuras metálicas y evitar el crecimiento de plantas. Las altas concentraciones de cloruro en aguas residuales, cuando éstas son utilizadas para el riego en campos agrícolas deteriora, en forma importante la calidad del suelo.

Es entonces importante el poder determinar la concentración de cloruros en aguas naturales, residuales y residuales tratadas en un amplio intervalo de concentraciones.

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de análisis para la determinación de cloruros totales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

### 2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

La determinación de cloruros por este método se basa en una valoración con nitrato de plata utilizando como indicador cromato de potasio. La plata reacciona con los cloruros para formar un precipitado de cloruro de plata de color blanco. En las inmediaciones del punto de equivalencia al agotarse el ión cloruro, empieza la precipitación del cromato. La formación de cromato de plata puede identificarse por el cambio de color de la disolución a anaranjado-rojizo así como en la forma del precipitado. En este momento se da por terminada la valoración.

### 3 DEFINICIONES

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

- 3.1 Aguas naturales  
Agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, de tormenta residual y superficial.

### 3.2 Aguas residuales

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

### 3.3 Bitácora

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

### 3.4 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.

### 3.5 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.

### 3.6 Descarga

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

### 3.7 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 fórmula:

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

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

### 3.7 Disolución estándar

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

### 3.9 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.

### 3.10 Material de referencia

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

### 3.11 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.

### 3.12 Medición

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

### 3.13 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

### 3.14 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.

### 3.15 Muestra simple

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

### 3.16 Parámetro

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

### 3.17 Patrón (de medición)

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

### 3.17 Patrón nacional (de medición)



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

3.19 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.

3.20 Patrón secundario

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

3.21 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.

3.22 Patrón de trabajo

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

3.23 Precisión

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:

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

donde:

$\bar{x}$  es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;  
 $t_{\alpha/2}$  es el valor de la  $t$  de Student para un nivel de significancia del 95 %;  
 $s$  es la desviación estándar de la muestra;  
 $n$  es el número de réplicas, y  
 $x$  es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

3.24 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.

3.25 Verificación de la calibración

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

## 4 EQUIPO Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para este método.

### 4.1 Equipo

4.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

4.1.2 Potenciómetro para medición de pH

### 4.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado.

4.2.1 Frascos para muestreo de polietileno, polipropileno o vidrio de boca ancha de 500 mL de capacidad.

4.2.2 Bureta con certificado o en su caso debe estar calibrada

## 5 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se especifique otra cosa.

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

- a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 min;
- b) Conductividad,  $\mu$ S/cm a 25°C: 5,0 Máx. y
- c) pH: 5,0 a 8,0.

5.1 Nitrito de plata ( $\text{AgNO}_3$ )

5.2 Cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ )

5.3 Cromato de potasio ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ )

5.4 Hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ )

5.5 Ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

5.6 Sulfato de aluminio y potasio dodecahidratado [ $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ]

5.7 Amoníaco concentrado ( $\text{NH}_3$ )

5.8 Disolución indicadora de cromato de potasio. Pesar aproximadamente y con precisión 50,0 g de cromato de potasio (ver inciso 5.3) y disolver en 500 mL de agua y añadir disolución patrón de nitrito de plata (ver inciso 5.9) hasta que se produzca un precipitado rojo claro. Proteger la disolución de la luz y dejar estabilizar durante 24 h después de la adición de la disolución de nitrito de plata. Filtrar la disolución para remover el precipitado y aforar a 1 L con agua.

5.9 Disolución estándar de nitrito de plata (0,014N). Moler aproximadamente

- 5,0 g de cristales de nitrato de plata (ver inciso 5.1) y secar a 100°C durante 2 h. Pesar aproximadamente y con precisión 2,4 g de los cristales pulverizados de nitrato de plata (ver inciso 5.1) disolverlos en aproximadamente 1 L. Valorar contra la disolución patrón de cloruro de sodio 0,014N (ver inciso 5.10).
- 5.10 Disolución patrón de cloruro de sodio (0,014N). Secar aproximadamente 3,0 g de cloruro de sodio (ver inciso 5.2) a 140°C. Pesar aproximadamente y con precisión 824,1 mg de la sal seca disolver en agua y aforar a 1 L en un matraz volumétrico. Se acepta el uso de patrón certificado.
- 5.11 Disolución de hidróxido de sodio (0,1N). Pesar aproximadamente y con precisión 4,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.4) disolver en 1 L de agua.
- 5.12 Disolución de ácido sulfúrico (0,1N). Tomar cuidadosamente 3 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.5) y llevar a 1 L.
- 5.13 Suspensión de hidróxido de aluminio. Pesar aproximadamente y con precisión 125,0 g de sulfato de aluminio y potasio (ver inciso 5.6) o sulfato de aluminio y amonio, y llevar a 1 L con agua. Calentar a 60°C y añadir 55 mL de amoníaco (ver inciso 5.7) lentamente y agitando. Permitir reposar la disolución durante unas horas, decantar el agua sobrenadante y lavar el precipitado por adiciones sucesivas de agua, mezclando bien y decantando. Repetir el procedimiento anterior hasta eliminar el olor a amoníaco. Cuando está recién preparada, la suspensión ocupa un volumen aproximado de 1 L.

## 6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 6.1 Se deben tomar las muestras en envases limpios de polietileno o de vidrio. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples. Tomar un volumen de 500 mL.
- 6.2 Se debe preservar la muestra a 4°C hasta su análisis.
- 6.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de una semana.

## 7 CONTROL DE CALIDAD

- 7.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 7.2 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 verificó 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
    - h) 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.

- 7.3 Cada vez que se adquiera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido

## 8 CALIBRACIÓN

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

- 8.1 Material volumétrico.
- 8.2 Balanza analítica.
- 8.3 Potenciómetro
- 8.4 Bureta

## 9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Acondicionamiento de la muestra
- 9.1.1 Utilizar un volumen de muestra de 100 mL. Ajustar el pH entre 7 y 10 utilizando las disoluciones de hidróxido de sodio (0,1N) (ver inciso 5.11) y/o ácido sulfúrico (0,1N) (ver inciso 5.12).
- 9.1.2 Si la muestra tiene mucho color, añadir de 3 mL a 5 mL de la suspensión de hidróxido de aluminio (ver inciso 5.13) antes de acondicionar. Mezclar, dejar sedimentar y filtrar con papel filtro cualitativo.
- 9.2 Valoración
- 9.2.1 A 100 mL de muestra acondicionada, adicionar 1 mL de disolución indicadora de cromato de potasio (ver inciso 5.8). Valorar con la disolución patrón de nitrato de plata (ver inciso 5.9) hasta el vire de amarillo a naranja rojizo, manteniendo un criterio constante en el



punto final.

- 9.2.2 Titular un blanco con las muestras.

## 10 CÁLCULOS

- 10.1 Calcular la concentración de iones Cloruro en la muestra original, en mg/L como sigue:

$$\text{Cl- mg /L} = [(A - B) \times N \times 35,450] / \text{mL de muestra}$$

donde:

- A son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración de la muestra;  
B son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración del blanco, y  
N es la normalidad del nitrato de plata.
- 10.2 Todos los valores obtenidos de control de calidad deben ser reportados junto con los resultados del análisis.
- 10.3 Reportar los resultados en Cl mg/L, con la precisión correspondiente.

## 11 INTERFERENCIAS

- 11.1 Los iones bromuro, yoduro y cianuro se registran como concentraciones equivalentes de cloruro.
- 11.2 Los iones sulfuro, tiosulfato y sulfito interfieren.
- 11.3 El ortofosfato en concentraciones mayores de 25 mg/L interfiere ya que precipita como fosfato de plata.
- 11.4 El hierro con concentraciones arriba de 10 mg/L interfiere porque enmascara el punto final de la valoración.

## 12 SEGURIDAD

- 12.1 No ha sido determinada la carcinogenicidad de todos los reactivos con precisión. 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 monitoreos de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados se encuentren a su disposición.
- 12.2 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 sustancias químicas especificadas en este 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.

- 12.3 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.
- 12.4 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 estos.

## 13 MANEJO DE RESIDUOS

Desecho de residuos: Una vez concluida la determinación de los residuos generados deben neutralizarse antes de su disposición final.

- 13.1 Es la 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.
- 13.2 Los residuos de las titulaciones deben de almacenarse adecuadamente y ser dispuestos conforme lo señala la reglamentación aplicable para residuos peligrosos.

## 14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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



## ANÁLISIS DE AGUA, DETERMINACIÓN DEL ION SULFATO

### 1 OBJETIVO

Esta Norma mexicana establece los métodos gravimétrico y turbidimétrico para la determinación del ion sulfato en aguas.

### 2 CAMPO DE APLICACIÓN

Estos métodos son aplicables para la determinación del ion sulfato en aguas naturales y residuales con un ámbito de aplicación de 10 a 100 mg/L para el método gravimétrico, en este método puede ampliarse el ámbito, ajustando la cantidad de la muestra, y de 10 a 60 mg/L para el método turbidimétrico que se aplica cuando se requiere una determinación rápida de rutina o control de aguas industriales. (Ambos métodos expresados como  $\text{SO}_4^{2-}$ ).

### 3 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las Normas Mexicanas en vigor

|                        |  |
|------------------------|--|
| siguientes: NMX-AA-003 | “Aguas residuales-Muestreo”.   |
| NMX-AA-014             | “Cuerpos receptores-Muestreo”.   |
| NMX-BB-014             | “Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorio”. |
| NMX-AA-036             | “Agua- Determinación de acidez total y alcalinidad total”.                           |
| NMX-B-231              | “Requisitos de las cribas para clasificación de materiales”                          |
| NMX-Z-001              | “Sistema general de unidades de medida- Sistema (SI) de unidades”.                   |

### 4 DEFINICIONES

#### 4.1 Absorción espectral

Es la separación de energía térmica o radiante por cualquier material. Cubre el campo del espectro electromagnético y es la base de los modernos métodos de la Química Analítica. El poder de absorción (absorbencia) de un material, se define como  $\log I^0/I$  siendo;  $I^0$  la intensidad de la luz incidente e  $I$  la intensidad de la luz emitida y está en función de la naturaleza química del material.



## 5 METODO GRAVIMETRICO

### 5.1 Principio o fundamento

El ion sulfato se precipita y se pesa como sulfato de bario después de eliminar la sílice y materia insoluble.

### 5.2 Interferencias

#### 5.2.1 Errores positivos

Los sulfitos y sulfuros pueden oxidarse a sulfatos y precipitarse, la materia en suspensión, sílice, cloruro de bario, nitratos y agua, frecuentemente quedan ocluidos en el precipitado. Los silicatos solubles pueden insolubilizarse durante el desarrollo del método.

#### 5.2.2 Errores negativos

Los sulfatos ácidos de metales alcalinos pueden no precipitar totalmente como sulfato de bario, debido a que quedan ocluidos en el precipitado comotales, y por lo tanto con un peso molecular menor.

NOTA 1.- El cromo y el hierro interfieren en la completa precipitación, una alta acidez solubiliza al sulfato de bario, en cambio una baja acidez facilita la precipitación de fosfato y carbonato.

### 5.3 Reactivos y materiales

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique lo contrario, cuando se mencione agua debe entenderse agua destilada o desionizada.

#### 5.3.1 Acido fluorhídrico concentrado.

5.3.2 Solución indicadora de rojo de metilo.- Disolver 100 mg de sal sódica de rojo de metilo en agua y diluir a 100 cm<sup>3</sup>.

#### 5.3.3 Solución de ácido clorhídrico 1:1

5.3.4 Solución de cloruro de bario.- Disolver 100 g de cloruro de bario dihidratado en un litro de agua, filtrar a través de un filtro de membrana o un filtro de papel antes de usar, 1 cm<sup>3</sup> de esta solución es capaz de precipitar aproximadamente 40 mg de sulfato.

5.3.5 Reactivo de nitrato de plata - ácido nítrico. Disolver 8.5 g de nitrato de plata y 0.5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico concentrado en 500 cm<sup>3</sup> de agua.

5.3.6 Papel filtro de poro fino con contenido de cenizas conocido.

### 5.4 Aparatos

#### 5.4.1 Baño de vapor.

- 5.4.2 Horno de secado, equipado con control de temperatura.
- 5.4.3 Mufla con indicador de temperatura.
- 5.4.4 Desecador.
- 5.4.5 Balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg.
- 5.4.6 Cápsula de platino.
- 5.5 Procedimiento
- 5.5.1 Eliminación de sílice.
- 5.5.1.1 Si la concentración de sílice excede de 25 mg/L evaporar la muestra a sequedad en una cápsula de platino en un baño de vapor.
- 5.5.1.2 Agregar 1 cm<sup>3</sup> de ácido fluorhídrico concentrado, (ver Nota 1), e inclinar la cápsula y rotar hasta que el ácido esté en contacto con el residuo.
- NOTA 1.- Esta operación debe efectuarse bajo campana y con el equipo de protección adecuado.
- 5.5.1.3 Continuar con la evaporación a sequedad, completar el secado en un horno a 453 K (180°C) y si está presente la materia orgánica, carbonizarla a la flama de un mechero.
- 5.5.1.4 Dejar enfriar y humedecer el residuo con 2 cm<sup>3</sup> de agua y 1 cm<sup>3</sup> de ácido fluorhídrico, evaporar a sequedad en un baño de vapor.
- 5.5.1.5 Añadir 2 cm<sup>3</sup> de ácido fluorhídrico y llevar el residuo soluble en agua caliente y filtrar.
- 5.5.1.6 Lavar la sílice insoluble con porciones pequeñas de agua caliente, Continuar los filtrados y lavar.
- 5.5.2 En caso de que la muestra tuviera una concentración menor de 25 mg/L de sílice, efectuar el procedimiento anterior sin la adición de ácido fluorhídrico. Pasarla directamente de la flama del mechero a una mufla a 1073. k (800°C) durante una hora.
- 5.5.3 Transferir con pipeta volumétrica a un vaso de precipitados, un volumen de muestra clarificada que contenga no más de 50 mg de ion sulfato y ajustar a un volumen de 250 cm<sup>3</sup>.
- 5.5.4 Llevar a un pH de 4.5 - 5.0 con la solución de ácido clorhídrico 1:1, usando un potenciómetro o solución indicadora de rojo de metilo.
- 5.5.5 Adicionar de 1 a 2 cm<sup>3</sup> de la solución de ácido clorhídrico 1:1, calentar la solución a ebullición y agitar lentamente, agregar lentamente solución de cloruro de bario caliente hasta que la precipitación sea completa. Añadir aproximadamente



- 2 cm<sup>3</sup> en exceso de la solución de cloruro de bario. Si la cantidad de precipitado es pequeña, agregar un total de 5 cm<sup>3</sup> de solución de cloruro de bario.
- 5.5.6 Digerir el precipitado a 353 K - 363 K (80°C - 90°C) durante 10 a 12 horas y no menos de 2 horas.
- 5.5.7 Mezclar una pequeña cantidad de la pulpa del papel filtro de cenizas conocidas con el precipitado de sulfato de bario y filtrar a temperatura ambiente. La filtración de la pulpa facilita y reduce la tendencia del precipitado a separarse.
- 5.5.8 Lavar el precipitado con porciones pequeñas de agua caliente, para que los lavados estén libres de cloruros y hasta que 10 cm<sup>3</sup> de las aguas de lavado no produzcan turbiedad al adicionarles 1 cm<sup>3</sup> del reactivo de nitrato de plata ácido nítrico.
- 5.5.9 Secar el papel filtro y precipitado en estufa, pasar a un mechero evitando que el papel filtro se inflame y posteriormente llevar a una mufla a 1073 K (800°C) durante una hora.
- 5.5.10 Enfriar en desecador y pesar.

## 5.6 Cálculos

El contenido del ion sulfato en mg/L se conoce aplicando la fórmula siguiente:

$$\begin{aligned} 1 \text{ mg de BaSO}_4 &= 0.4115 \text{ mg de SO}_4^{=} \\ \text{mg de SO}_4^{=} / \text{L} &= \frac{A \times 0.4115 \times 1000}{\text{--- B}} \end{aligned}$$

En donde:

A = Peso del sulfato de bario, en mg

B = Volumen de la muestra original en cm<sup>3</sup>

## 5.7 Precisión

El método gravimétrico tiene una precisión del 1 % .

## 6 METODO TURBIDIMETRICO

### 6.1 Fundamento

El ion sulfato precipita con cloruro de bario, en un medio ácido (HCl), formando cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. La absorción espectral de la suspensión del sulfato de bario se mide con un nefelómetro o fotómetro de transmisión La concentración de ion sulfato se determina por comparación de la lectura con una curva patrón.

### 6.2 Interferencia



En este método, interfieren la materia en suspensión en grandes cantidades y el color. La materia suspendida puede eliminarse parcialmente por filtración. Si ambos interferentes producen lecturas pequeñas en comparación con la de la concentración del ion sulfato, la interferencia se corrige según el inciso 6.5.4. La sílice en concentración de 500 mg/L y la materia orgánica en concentraciones altas, también interfieren, imposibilitando la precipitación satisfactoria del sulfato de bario.

En aguas normales, no existen otros iones además del sulfato, que formen compuestos insolubles con bario, bajo condiciones fuertemente ácidas. Efectuar las determinaciones a temperatura ambiente, con una variación del orden de  $\pm$  diez grados, no causa error apreciable.

### 6.3 Reactivos

6.3.1 Reactivo acondicionador - Mezclar 50 cm<sup>3</sup> de glicerol con una solución que contenga 30 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico concentrado, 300 cm<sup>3</sup> de agua. 100 cm<sup>3</sup> de alcohol etílico o isopropílico al 95% y 75 g de cloruro de sodio.

6.3.2 Cloruro de bario (BaCl<sub>2</sub>) en cristales, malla DGN 6.5 M - DGN 10 M (malla US No. 20 - No. 30).

6.3.3 Solución estándar de sulfato - Preparada como se describe en los incisos 6.3.3.1, ó 6.3.3.2. (1.00 cm<sup>3</sup> de esta solución = 100  $\mu$ g de SO<sub>4</sub>).

6.3.3.1 Aforar a 100 cm<sup>3</sup> con agua, 10.41 cm<sup>3</sup> de solución tituladora estándar de ácido sulfúrico 0.0200 N, especificada en el inciso 8.7 de la Norma mexicana NMX-AA-036 en vigor.

6.3.3.2 Disolver en agua 147.9 mg de sulfato de sodio anhidro y aforar a 1000 cm<sup>3</sup>.

### 6.4 Aparatos

6.4.1 Agitador magnético de velocidad de agitación constante, de tal modo que no ocurran salpicaduras y con magnetos de forma y tamaños idénticos.

6.4.2 Fotómetro.- Se necesita alguno de los siguientes de preferencia en el orden anotado:

6.4.2.1 Nefelómetro.

6.4.2.2 Espectrofotómetro, para usarse a 420 nm, y que suministre un paso de luz de 4 a 5 cm.

6.4.2.3 Fotómetro de filtro, equipado con filtro violeta que tenga una trasmittancia máxima cercana a 420 nm y que suministre un paso de luz de 4 a 5 cm.

6.4.3 Cronómetro.

6.4.4 Cucharilla medidora, con capacidad de 0.2 cm<sup>3</sup> a 0.3 cm<sup>3</sup>.

### 6.5 Procedimiento



### 6.5.1 Preparación de la curva de calibración

6.5.1.1 Estimar la concentración del ion sulfato en la muestra, comparando la lectura de turbiedad con una curva de calibración preparada con el uso de los patrones de sulfato, durante todo el procedimiento.

6.5.1.2 Espaciar los patrones a incrementos de 5 mg/L en los límites de 0 a 40 mg/L de sulfato. Arriba de 40 mg/L, decrece la exactitud del método y pierden estabilidad las suspensiones de sulfato de bario.

6.5.1.3 Verificar la confiabilidad de la curva de calibración, corriendo un patrón con cada tres o cuatro muestras desconocidas.

### 6.5.2 Formación de turbiedad de sulfato de bario

6.5.2.1 Transferir a un matraz Erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup> una muestra de 100 cm<sup>3</sup>, o una porción conveniente aforada con agua a 100 cm<sup>3</sup>. Añadir exactamente 5.00 cm<sup>3</sup> del reactivo acondicionador y mezclar en el aparato agitador.

6.5.2.2 Mientras la solución se está agitando, añadir el contenido de una cucharilla llena de cristales de cloruro de bario y empezar a medir el tiempo inmediatamente. Agitar durante un minuto exacto a una velocidad constante. (Ver Nota 1).

NOTA 1.- La velocidad exacta de agitación no es crítica, pero debe ser constante para cada corrida de muestras y de patrones, y debe ajustarse a casi el máximo al cual no ocurran salpicaduras.

### 6.5.3 Medición de la turbiedad del sulfato de bario

6.5.3.1 Inmediatamente después de terminar el periodo de agitación, verter algo de la solución a la celda de absorción del fotómetro y medir la turbiedad a intervalos de 30 segundos durante 4 minutos. Debido a que la turbiedad máxima se presenta generalmente dentro de los 2 minutos y que de ahí en adelante las lecturas permanecen constantes durante 3 a 10 minutos, se considera que la turbiedad, es la máxima lectura obtenida durante el intervalo de 4 minutos.

### 6.5.4 Corrección por el color o turbiedad de la muestra

6.5.4.1 Corregir por color y turbiedad presentes en la muestra original, corriendo blancos sin cloruro de bario

### 6.6 Cálculos

El contenido del ion sulfato en mg/L, se conoce aplicando la fórmula siguiente:

$$1000 \text{ mg/L SO}_4 = \frac{\text{mg SO}_4 \times}{\text{cm}^3 \text{ de muestra}}$$

### 6.7 Precisión

La precisión de este método depende de las interferencias presentes y de la habilidad del analista. Cuando no hay interferencias y se efectúa un análisis cuidadoso, puede obtenerse una precisión del 5% de sulfatos ó 2 mg/L.

## DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE NITRATO, POR EL MÉTODO ESPECTROFOTOMETRITO ULTRAVIOLETA PARA LA CONTAMINACIÓN DEL AGUA

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el método para la determinación de nitrógeno de nitratos en agua, y es aplicable para agua potable que no presente turbiedad, color y con bajo contenido de materia orgánica.

### 2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguientes Normas Mexicanas vigentes:

NOM-BB-014 Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio.  
NOM-Z-001 Sistema Internacional de Unidades (SI).

### 3 RESUMEN

La concentración de nitratos en una muestra de agua se determina midiendo la absorbancia en el ámbito de ultravioleta a 220 nm y comparándola con una curva de calibración.

La relación entre absorbancia y concentración es lineal hasta una concentración de 11  $\mu\text{g/L}$ .  
El mínimo detectable es de 0.01  $\mu\text{g/L}$ .

El método es rápido y adecuado para pruebas de control rutinario.

### 4 MATERIAL Y EQUIPO

- 4.1 Equipo
  - 4.1.1 Espectrofotómetro para usarse a 220 nm y 275 nm con celda de cuarzo de 1 cm o más de paso de luz.
- 4.2 Material
  - 4.2.1 Material común de laboratorio.
  - 4.2.2 Papel filtro poro fino y filtro de membrana de 0.45 mm.



### 5 REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa.

#### 5.1 Solución madre de nitratos

Secar nitrato de potasio ( $\text{KNO}_3$ ) en una estufa a 378 K (105 C) por 24 horas enfriar en un desecador. Pesar 0.7218 g de nitrato de potasio anhidro y diluir a 1000  $\text{cm}^3$  con agua destilada. Preservar con 2  $\text{cm}^3$  de cloroformo ( $\text{CHCl}_3$ ); 1  $\text{cm}^3 = 100 \mu\text{g N-NO}_3$ . Esta solución es estable por seis meses.

#### 5.2 Solución patrón de nitrato

Diluir 50  $\text{cm}^3$  de solución madre de nitratos a 500  $\text{cm}^3$  con agua destilada; 1  $\text{cm}^3 = \mu\text{g N-NO}_3$ .

#### 5.3 Solución de ácido clorhídrico (densidad 1.19 $\text{g/cm}^3$ ) 1N

Diluir 83  $\text{cm}^3$  de ácido clorhídrico concentrado (HCl) a 1000  $\text{cm}^3$  con agua destilada.

### 6 CURVA DE CALIBRACION

6.1 Diluir los siguientes volúmenes de la solución patrón y aforar a 50  $\text{cm}^3$ , 0, 1, 3, 7, 10, 15, 20, 30 y 35  $\text{cm}^3$  obteniéndose las siguientes concentraciones; 0, 0.2, 0.6, 1.4, 2.0, 3.0, 4.0, 6.0, y 7.0  $\mu\text{g de N-NO}_3/\text{cm}^3$  ( de 0 a 350  $\mu\text{g de N-NO}_3$ ).

6.2 Añadir 1  $\text{cm}^3$  de solución de HCl 1N a cada una de las soluciones de la curva y agitar vigorosamente.

6.3 Trazar la curva de calibración graficando las absorbancias obtenidas contra las concentraciones correspondientes.

### 7 INTERFERENCIAS

Interfiere la materia orgánica disuelta, detergentes, nitritos y cromo hexavalente. Los nitratos absorben la luz a 220 nm, la materia orgánica absorbe la luz tanto a 220 como a 275 nm, por lo que una segunda medición a 275 nm se usa para corregir los valores de nitrógeno de nitratos.

## 8 MUESTREO Y ALMACENAMIENTO

Las muestras deben ser representativas de las condiciones que existan en el punto y hora de muestreo y tener el volumen suficiente para Efectuar las determinaciones correspondientes.

Para el caso de pozos y tanques elevados se deja fluir el agua de 5 a 10 minutos con el fin de desalojar el agua estacionada en la tubería. Posteriormente se recogió la muestra en recipientes de vidrio o plástico, y debe ser analizada lo mas pronto posible. En caso de requerir almacenamiento, mantener en refrigeración por un máximo de 48 horas entre 275 y 278 K (2 y °c ).

## 9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Tomar 50 cm<sup>3</sup> de muestra clara, filtrar si es necesario, primero por el papel de poro fino y posteriormente a través del filtro de membrana.
- 9.2 Añadir 1 cm<sup>3</sup> de solución de HCl 1N y agitar vigorosamente.
- 9.2 Hacer las lecturas de absorbancia en la misma forma que la curva de calibración.
- 9.4 Leer las absorbancias de las muestras a 275 nm, para determinar interferencias debidas a materia orgánica.

## 10 CALCULOS

- 10.1 Corrección por materia orgánica disuelta. Restar dos veces la lectura de absorbancia a 275 nm (A 275) de la lectura de absorbancia a 220 nm (A 220). Si el valor de la lectura a 275 nm es mayor del 10% del valor de la lectura a 220 nm, este método no es aplicable.  $AC = A_{220} - 2 A_{275}$
- 10.2 Leer en la curva de calibración la concentración correspondiente a las observancias ya corregidas de las muestras y determinar el contenido de nitrógeno de nitratos en \*g N<sub>NO<sub>3</sub></sub>/cm<sup>3</sup>.
- 10.3 En caso de haber trazado la curva de calibración gráficamente las absorbancias obtenidas contra los \*g correspondientes (de 0 a 350 \*g), el contenido en \*g N<sub>NO<sub>3</sub></sub>/cm<sup>3</sup>



## VOCABULARIO DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE Y CALIDAD DEL AGUA - PARTE 1

### INTRODUCCIÓN

Las definiciones contenidas en este vocabulario se han formulado a fin de constituir una terminología normalizada para la caracterización de la calidad del agua. Los términos incluidos en este vocabulario pueden ser idénticos a los que están contenidos en los vocabularios publicados por organizaciones internacionales, pero las definiciones pueden diferir a causa de los objetivos diferentes para los que han sido establecidas.

### 1 OBJETIVO

Esta Norma define los términos empleados en ciertos campos de la caracterización de la calidad del agua. Los términos empleados y definiciones están agrupados bajo los principales títulos siguientes:

- Términos relativos a los tipos de agua.
- Términos relativos al tratamiento y almacenamiento de agua y aguas residuales.

### 2 TERMINOS RELATIVOS A TIPOS DE AGUA:

#### 2.1 Agua cruda

2.1.1 Agua cruda: Agua que no ha recibido ningún tipo de tratamiento, o agua que entra a una planta para tratamiento posterior.

2.1.2 Epilimnio: Capa de agua por encima de la termoclina (véase 2.1.10) en un cuerpo de agua estratificado.

2.1.3 Agua subterránea: Agua filtrada y retenida en el subsuelo que puede ser aprovechada.

2.1.4 Hipolimnio: Capa de agua por debajo de la termoclina (véase 2.1.10) en un cuerpo de agua estratificado.

2.1.5 Oligotrófico: Descripción de un cuerpo de agua pobre en nutrientes y que contiene muchas especies de organismos acuáticos, cada uno de los cuales está presente en una cantidad relativamente pequeña. Este cuerpo de agua se caracteriza por su alta transparencia, una alta concentración de oxígeno en la capa superior y por su depósitos en el fondo generalmente de tonalidades de color





café y que contiene únicamente pequeñas cantidades de materia orgánica.

2.1.6 Agua de lluvia: Agua resultante de precipitaciones atmosféricas y que aún no ha captado materia soluble directamente de la superficie terrestre.

2.1.7 Agua de tormenta: Esguimiento torrencial de agua superficial que fluye hacia un cauce de agua como resultado de una lluvia intensa.

2.1.7.1 Agua de tormenta residual: Mezcla de agua residual y de agua superficial proveniente de tormentas o de deshielos.

2.1.8 Estratificación: La existencia o formación de distintas capas en un cuerpo de agua, identificado por sus características térmicas o salinas o por diferencias en el contenido de oxígeno o nutrientes.

2.1.9 Agua superficial: El agua que fluye o se estanca, en la superficie terrestre.

2.1.10 Termoclima: Capa en un cuerpo de agua térmicamente estratificado en el cual el gradiente de temperatura alcanza un máximo.

## 2.2 Agua residual

2.2.1 Agua residual industrial \*): Agua descargada resultante de un proceso industrial, y que no tiene ningún valor inmediato para éste.

2.2.2 Depósito bético: Acumulación de depósitos en el lecho de un río, lago o mar que puede contener materia orgánica. Fenómeno causado por la erosión natural, la actividad biológica o descarga de aguas residuales.

2.2.3 Detritos (detritus): En el contexto biológico, partículas de materia orgánica.

En el contexto práctico del tratamiento de agua residual, desechos capaces de ser arrastrados por una corriente de agua.

2.2.4 Efluente: Agua descargada proveniente de procesos industriales o sistemas de tratamiento.

2.2.5 Agua residual doméstica \*): Agua proveniente de los desechos de una comunidad.

2.2.5.1 Agua residual doméstica cruda: Agua residual doméstica no tratada.

2.2.5.2 Agua residual doméstica tratada: Agua residual doméstica que ha recibido un tratamiento parcial o total, a fin de remover o mineralizar las sustancias orgánicas y otros materiales que ésta contenga.

2.2.5.3 Efluentes de aguas residuales domésticas tratadas: Descarga de las aguas residuales domésticas tratadas en un sistema de tratamiento. NOM-AA-089/1-1986

2.2.6 Lodo: Acumulación de sólidos sedimentados separados de varios tipos de aguas, como resultado de procesos naturales o artificiales.



2.2.6.1 Lodo activado: Masa biológica (flóculo.-véase 3.23) formada, durante el tratamiento de agua residual, por el crecimiento de bacterias y de otros microorganismos en presencia de oxígeno disuelto.\*) En México el término residual se utiliza indistintamente para denominar las aguas residuales tanto de uso industrial como doméstico, también se usa agua servida, agua negra o agua usada.

## 2.3 Agua potable

2.3.1 Agua potable: Agua de una calidad adecuada para beber.

2.3.2 Agua de abastecimiento: Agua que ha sido usualmente tratada para pasar a distribución o almacenamiento.

## 2.4 Agua para uso industrial

2.4.1 Agua industrial: Toda agua utilizada para un proceso industrial o durante el transcurso de éste.

2.4.2 Agua de caldera: Agua de calidad adecuada presente dentro de una caldera cuando el vapor ha sido o se está generando.

2.4.3 Agua de enfriamiento: Agua utilizada para absorber y remover el calor.

## 3 TERMINOS RELATIVOS AL TRATAMIENTO Y ALMACENAMIENTO DE AGUA Y DE AGUA RESIDUAL.

### 3.1 Tratamiento biológico o por lodos activados

Es el proceso biológico del agua residual en el cual ésta es mezclada con lodo activado (véase 2.2.6.1) y es posteriormente agitada y aireada. El lodo activado es a continuación separado del agua residual tratada por sedimentación, y es eliminado o recirculado en el proceso según se requiera.

### 3.2 Tratamiento químico

Un proceso que comprende la adición de productos químicos a fin de obtener un resultado específico.

### 3.3 Tratamiento físico-químico

Combinación de tratamiento físico y químico para obtener un resultado específico.

3.4 Aireación  
Introducción de aire en un líquido.

3.5 Aerobio \*)  
Que necesita la presencia de oxígeno libre.

3.6 Anaerobio \*)  
Que no necesita la presencia de oxígeno libre.

3.7 Lecho bacteriano Véase filtro biológico, inciso 3.8.

3.8 Filtro biológico:

Lecho percolador; filtro percolador: Lecho de materia inerte a través del cual se hace percolar agua residual para ser purificada por una película biológica activa que recubre la materia inerte.

3.9 Coagulación Química:

Procedimiento que consiste en agregar un producto químico (el coagulante) destinado a la desestabilización de las materias coloidales dispersas y a su agregación bajo la forma de flóculo.

\*) En México se utiliza el término facultativo para organismos que viven tanto en presencia como en ausencia de oxígeno libre.

3.10 Desaireación  
Eliminación parcial o total del aire disuelto en el agua.

3.11 Decloración

Eliminación parcial o total del cloro residual del agua con la ayuda de un proceso físico o químico.

3.12 Desgasificación

Eliminación parcial o total del gas disuelto, generalmente con la ayuda de un proceso físico.

3.13 Desionización

Eliminación parcial o total de los iones, particularmente mediante el empleo de resinas intercambiadoras de iones (véase 3.14; 3.17).

3.14 Desmineralización

Disminución del contenido de sustancias inorgánicas o sales disueltas en el agua, con la ayuda de un proceso físico, químico o biológico (véase 3.13; 3.17).



3.15 Desnitrificación

Liberación del nitrógeno o del óxido nitroso - de los compuestos nitrogenados (en particular, nitratos y nitritos) en el agua o agua residual generalmente por la acción de bacterias.

3.16 Desoxigenación

Eliminación parcial o total del oxígeno disuelto en el agua, ya sea por la acción de condiciones naturales o con la ayuda de procesos físicos o químicos.

3.17 Desalación

Eliminación de las sales del agua, generalmente con el fin de hacerla potable o utilizable en un proceso industrial o como agua de enfriamiento (véase 3.13; 3.14).

3.18 Desinfección

Tratamiento del agua destinado a eliminar o inactivar los agentes patógenos.

3.19 Destilación

Proceso de evaporación y de condensación utilizado para la preparación de un agua de alta pureza.

3.20 Electrodiálisis

Proceso de desionización del agua en el que, bajo la influencia de un campo eléctrico, los iones son eliminados de una masa de agua y transferidos a otra a través de una membrana intercambiadora de iones.

3.21 Filtración

Eliminación de las materias en suspensión de una masa de agua, al pasarla a través de una capa de materia porosa o a través de un tamiz de malla conveniente.

3.22 Flotación

Ascenso a la superficie del agua de las materias en suspensión, por ejemplo, por arrastre gaseoso.

3.23 Flóculo

Partículas macroscópicas formadas en un líquido por floculación (véase 3.24), generalmente separables por gravedad o por flotación.



### 3.24 Floculación

Formación de partículas gruesas por aglomeración de partículas pequeñas; el proceso es generalmente acelerado por medios mecánicos, físicos, químicos o biológicos.

### 3.25 Fluoración

Adición de un compuesto que contiene flúor, en un sistema de distribución de agua potable, a fin de mantener la concentración de iones de fluoruro dentro de los límites convenientes.

### 3.26 Intercambio iónico

Proceso mediante el cual ciertos aniones o cationes del agua son reemplazados por otros iones, mediante el paso a través de un lecho de materia intercambiadora de iones (véase 3.26.1).

3.26.1 Intercambiadores iónicos: Materia capaz de intercambiar los iones de manera reversible con un líquido en contacto con ésta (sin modificación importante de su estructura).

3.26.2 Lecho mezclado (intercambio de iones): Mezcla física íntima de materias intercambiadoras de aniones y de cationes.

3.26.3 Regeneración (intercambio de iones): Proceso que consiste en restituir su rendimiento operacional a una materia intercambiadora de iones después de su utilización.

### 3.27 Nitrificación

Oxidación de la materia nitrogenada por medio de bacterias. Generalmente, los productos últimos de oxidación están constituidos por nitratos.

### 3.28 Estanque de oxidación; estanque de estabilización

Depósito utilizado para la retención del agua residual, antes de su eliminación final, en el que la oxidación biológica de la materia orgánica es realizada por una transferencia del oxígeno del aire al agua, con la ayuda de medios natural o artificialmente acelerados.

### 3.29 Ozonización; ozonación

Adición de ozono al agua o agua residual con el propósito de desinfectar, oxidar la materia orgánica o eliminar el olor y sabor desagradables.

### 3.30 Filtro percolador

(véase filtro biológico, inciso 3.8)



### 3.31 Polielectrólito

Polímero que tiene grupos ionizados y de los cuales algunos son utilizados para la coagulación de partículas coloidales y floculación de los sólidos en suspensión.

### 3.32 Precloración

Tratamiento preliminar del agua cruda con cloro a fin de detener el crecimiento de bacterias, vegetales o animales, de oxidar la materia orgánica, de facilitar la floculación o reducir el olor.

### 3.33 Osmosis inversa

Paso del agua de una solución concentrada a una solución menos concentrada a través de una membrana, bajo el efecto de una presión superior a la diferencia de las presiones osmóticas de las dos soluciones, ejercida por la más concentrada de las dos.

### 3.34 Sedimentación

Proceso de asentamiento y depósito, bajo la influencia de la gravedad, de los sólidos en suspensión transportados por el agua o el agua residual.

### 3.35 Autopurificación

Modo natural de depuración de una masa de agua contaminada.

### 3.36 Fosa séptica

Tanque de sedimentación cerrado en el que el lodo decantado está en contacto inmediato con el agua residual que fluye a través del tanque y en el que las materias orgánicas son descompuestas por acción bacteriana anaerobia.

### 3.37 Ablandamiento del agua

Eliminación de los iones de calcio y magnesio del agua.

### 3.38 Esterilización

Proceso destinado a inactivar o eliminar todos los organismos vivos (incluyendo las formas vegetativas y de formación de esporas), así como los virus.

### 3.39 Lecho percolador

(véase filtro biológico inciso 3.8).

### 3.40 Tratamiento del lodo

3.40.1 Deshidratación de lodos: Proceso que consiste en reducir, por medios físicos, el contenido de agua del lodo húmedo generalmente acondicionado por un agente coagulante.



- 3.40.1.1 Centrifugación: Separación parcial, del agua contenida en un lodo de agua residual por fuerza centrífuga.
- 3.40.3.2 Espesamiento: Procedimiento que consiste en aumentar la concentración en sólidos de un lodo, por eliminación del agua.
- 3.40.2 Digestión: Estabilización por procesos biológicos, aerobios y anaerobios, de la materia orgánica de un lodo.
- 3.1.1 Canal: Cauce artificial de agua, habitualmente construido para unir ríos, lagos o mares, de tamaño generalmente apropiado para la navegación; la mayoría de los canales tienen un flujo lento y características pobres de mezclado.
- 3.1.2 Estuario: Cuerpo de agua semicerrado tal como la desembocadura de un río o una bahía costera cuya salinidad es intermedia entre el mar y el agua dulce en donde las acciones de las corrientes marinas de las mareas son reguladores físicos importantes.
- 3.1.3 Agua de riego: Agua suministrada a los suelos o a los soportes de cultivo de las plantas a fin de incrementar su contenido de humedad, de suministrar el agua necesaria para el crecimiento normal de las mismas plantas y/o evitar la acumulación de un excedente de sales en el suelo o ambas.
- 3.1.4 Laguna: Cuerpo de agua poco profunda tal como un estanque, lago o balsa alimentado por una fuente de agua subterránea o superficial.
- 3.1.5 Laguna costera: Cuerpos de agua alargados y someros separados del mar por una barra de arena o un sistema de islas en barrera, con su eje mayor paralelo a la costa, teniendo comunicación con el mar por una o varias bocas que se mantienen abiertas por la acción de las olas y mareas, y con un efímero o inexistente aporte de agua dulce.
- 3.1.6 Laguna: aguas residuales: Estanque natural o artificial o depósito poco profundo utilizado con fines diversos tales como de cantación, descomposición, enfriamiento y almacenamiento de las aguas residuales y lodos.
- 3.1.7 Lagos: Cuerpo de agua de gran extensión tierra adentro. A los grandes lagos salados con frecuencia se les llama mares.
- 3.1.8 Depósito: Construcción, realizada parcial o totalmente por el hombre, destinada al almacenamiento y/o regulación y utilización controlada del agua.
- 3.1.9 Río: Cuerpo de agua que fluye de modo continuo e intermitente a lo largo de un curso bien definido hacia el océano, mar, lago depresión interior, pantano u otro curso de agua.
- 3.1.10 Mar
- a) Cuerpo de agua salada que forma generalmente una parte delimitada de un océano.  
b) Gran lago salado.



- 3.1.11 Agua estancada: Cuerpo de agua superficial a través del cual existe poca o nada de corriente y le pueden ocurrir cambios de calidad desfavorable después de un largo período.
- 3.1.12 Arroyo: Agua que fluye continua o intermitentemente según un curso bien definido como el de un río, generalmente en una escala más pequeña.

#### 4 TERMINOS COMPLEMENTARIOS RELATIVOS AL TRATAMIENTO Y ALMACENAMIENTO DE LAS AGUAS Y DE LAS AGUAS RESIDUALES

- 4.1 Depósito anaerobio: Depósito en el que se realiza un proceso de descomposición anaerobia de lodos o desechos orgánicos.
- 4.2 Cloración: Proceso que consiste en agregar al agua cloro gaseoso, o compuestos a partir de los cuales se forma ácido hipocloroso o iones hipoclorito, a fin de inhibir el crecimiento de bacterias, plantas o animales, oxidar la materia orgánica, facilitar la coagulación o reducir el olor, entre otros. El propósito principal es generalmente la desinfección.
- 4.2.1 Cloración a punto de quiebre: Adición de cloro al agua para alcanzar el punto en el cual la cantidad de cloro libre residual disponible aumenta proporcionalmente a la cantidad de cloro que es agregado.
- En este punto todo el amonio se ha oxidado.
- 4.3 Clarificación: Proceso en el que las partículas se sedimentan en un gran tanque sin agitación produciendo agua más clara como afluente.
- 4.4 Sedimentador: Tanque de sedimentación; estanque de sedimentación; tanque grande donde se sedimenta la materia en suspensión. Con frecuencia, se encuentra equipado con rastras mecánicas para recolectar los residuos sólidos a fin de retirarlos del fondo del tanque.
- 4.5 Estabilización por contacto: Variante del proceso por lodos activados en el cual un lodo activado previamente aireado entre en contacto durante un corto período (por ejemplo de 15 a 30min), con aguas residuales. Después del contacto, el lodo es decantado, y posteriormente recirculado a otro depósito para ser aireado durante un período de tiempo mayor (por ejemplo de 6 a 8 h).

- 4.6 Diálisis: Proceso mediante el cual pequeñas moléculas o iones se difunden a través de una membrana, para separarlos de moléculas más grandes en solución y de la materia en suspensión.
- 4.7 Filtración en medio múltiple: Proceso de tratamiento de agua durante el



cual éste pasa a través de dos o más capas en una dirección ascendente o descendente. La capa superior está constituida por partículas gruesas de baja densidad. En cada una de las capas siguientes, las partículas son más pequeñas, pero su densidad es mayor.

4.8 Pasteurización: Proceso que comprende la elevación de temperatura durante un tiempo apropiado, seguido de un enfriamiento brusco que tiene como fin inactivar los microorganismos, en particular los gérmenes patógenos, o disminuir su número durante un tiempo limitado, hasta un nivel específico o un valor inferior al umbral infeccioso.

4.9 Preaireación: Aireación durante un corto período de tiempo de las aguas residuales decantadas, inmediatamente antes de su tratamiento biológico, o bien la aireación de aguas residuales antes de la sedimentación.

4.10 Filtración bajo presión: Proceso de tratamiento del agua semejante a la filtración rápida con arena, excepto que se hace pasar el agua a través de un sistema cerrado bajo la acción de presión.

4.11 Filtración rápida con arena: Proceso de tratamiento de agua en el cual ésta atraviesa una capa de arena, frecuentemente después de la clarificación, a fin de eliminar las partículas residuales.

4.12 Reaireación: Proceso en el cual se reintroduce aire para incrementar la concentración de oxígeno disuelto después de que el oxígeno ha sido consumido por tratamiento químico o biológico.

4.13 Filtración lenta con arenas: Proceso de tratamiento de agua durante el cual una capa de arena es cubierta completamente con agua y en el que los procesos físicos, químicos y biológicos de filtración conducen a la obtención de un filtrado purificado. Este proceso se utiliza algunas veces en la potabilización de agua y como fase final del tratamiento de efluentes de aguas residuales después de que han sido sometidas a los tratamientos convencionales.

4.14 Estabilización: Proceso químico o biológico por medio del cual las substancias orgánicas (disueltas o suspendidas) fácilmente degradables son oxidadas a minerales o a materiales lentamente degradables.

4.15 Alimentación escalonada: Variante del proceso por lodos activados en el cual las aguas residuales se introducen en el tanque de aireación en diferentes puntos repartidos a lo largo del mismo a fin de uniformizar la carga biológica del sistema.

4.16 Aireación escalonada; aireación dirigida: Variante del proceso por lodos activados en el cual se introduce una mayor cantidad de aire en el extremo aguas arriba del tanque de aireación, parte donde existe la mayor actividad biológica, y se introduce una cantidad menor de aire en el extremo aguas abajo del tanque.



## 5 TERMINOS EMPLEADOS EN EL CAMPO DEL MUESTREO DE AGUA

5.1 Muestreo automático: Proceso mediante el cual las muestras son tomadas en forma intermitente o continua, independientemente de la intervención humana y de acuerdo con un programa preestablecido.

5.2 Muestra compuesta: Mezcla intermitente o continua, en proporciones adecuadas, de por lo menos dos muestras o submuestras a partir de la cual se puede obtener el valor medio de la característica deseada. Las proporciones de las muestras se calculan generalmente a partir de mediciones de tiempo o flujo.

5.3 Muestreo continuo: Proceso mediante el cual una muestra se toma de manera continua de un cuerpo de agua.

5.4 Muestreo continuo: Proceso mediante el cual una muestra se toma de manera continua de un cuerpo de agua.

5.5 Canal aforador; aforador; Canal artificial de forma y dimensiones bien determinadas que permite la medición del flujo.

5.6 Muestreo isocinetico: Técnica que consiste en hacer pasar la muestra de una corriente de agua a través del orificio de una sonda de muestreo con una velocidad igual a la de la corriente en la proximidad inmediata de la sonda.

5.7 Programa de control; monitoreo: Proceso programado de muestreo, mediciones y el subsecuente registro o transmisión, o ambos, de las diversas características de agua con el propósito de evaluar su conformidad con objetivos establecidos.

5.8 Muestreo proporcional: Técnica de obtención de una muestra a partir de una corriente de agua en la que la frecuencia de recolección (en el caso de muestreo intermitente), o la velocidad de flujo de la muestra (en el caso de un muestreo continuo), es directamente proporcional a la velocidad de flujo del agua muestreada.

5.9 Muestra: Porción, idealmente representativa tomada de un cuerpo de agua definido, de manera intermitente o continua, con el propósito de examinar diversas características definidas.

5.10 Punto de distribución de la muestra: Punto situado en el extremo de una línea de muestreo, generalmente alejado de la sonda de muestreo, del que se toma una muestra, de manera intermitente o continua, para ser analizada.

5.11 Preservación de la muestra: Proceso en el cual, por medio de adición de productos químicos o la modificación de las condiciones físicas o ambas, se reducen al mínimo los cambios de las características de la muestra a terminar



durante el tiempo que transcurre entre el muestreo y al análisis.

5.12 Muestreador: Aparato utilizado para tomar una muestra de agua, de manera intermitente o continua, con el propósito de examinar diversas características definidas.

5.13 Muestreo: Acción que consiste en tomar un volumen considerado como representativo de un cuerpo de agua a fin de examinar diversas características definidas.

5.14 Línea de muestreo: Conducto que une la sonda de muestreo al punto de distribución de la muestra o al equipo de análisis.

5.15 Red de muestreo: Sistema de zonas de muestreo preestablecidas a fin de monitorear uno o más lugares definidos.

5.16 Punto de muestreo; estación de muestreo: Posición precisa en una zona de muestreo donde son tomadas las muestras.

5.17 Sonda de muestreo: Parte de un equipo de muestreo que es insertado en un cuerpo de agua y por la que pasa inicialmente la muestra.

5.18 Zona de muestreo: Área general de un cuerpo de agua donde se toman muestras. En México los términos zona y sitio no se emplean como sinónimos por lo cual se propone definir además sitio de muestreo: lugar específico de una zona de muestreo.

5.19 Muestra puntual: Muestra discreta tomada de un cuerpo de agua de manera aleatoria (en lo que incierte al momento, al sitio o a ambos).

5.20 Porción de pruebas: Fracción discreta de una muestra que será sometida a análisis.

5.21 Vertedero; vertedero: Estructura de rebose que puede usarse para controlar el nivel superficial aguas arriba o para medir la descarga o ambos.

## 6 TERMINOS EMPLEADOS EN EL CAMPO DEL ANALISIS DEL AGUA

6.1 Acidez: Capacidad de un medio acuoso para reaccionar cuantitativamente con los iones hidroxilos.

6.2 Agresividad: Tendencia de un tipo de agua para disolver el carbonato de calcio.



(ver 6.20 índice Langelier).

6.4 Agua incrustante: Agua cuyo índice acuoso para reaccionar cuantitativamente con los iones hidrógeno.

6.5 Alcalinidad: Capacidad de un medio acuoso para reaccionar cuantitativamente con los iones hidrógeno.

6.5.1 Alcalinidad al punto de vire del rojo de metilo \*): Medición arbitraria de la alcalinidad total del agua por titulación al punto de vire del rojo de metilo (pH4.7); con frecuencia utilizado conjuntamente con la alcalinidad al punto de vire de la fenolftaleína (ver 6.5.2) a fin de determinar la concentración equivalente de bicarbonato y de hidróxido del agua.

6.5.2 Alcalinidad al punto de vire de la fenolftaleína: Medición por titulación volumétrica al punto de vire de la fenolftaleína (pH 8.3) de la parte de alcalinidad arbitrariamente atribuida a la totalidad de los hidróxidos ya la mitad del contenido de bicarbonato de una muestra de agua; con frecuencia utilizada conjuntamente con la alcalinidad al punto de vire del rojo de metilo (ver 6.5.1).

6.6.1 Nitrógeno amoniacal no ionizado; libre: Nitrógeno presente como moléculas de nitrógeno de amoníaco y de hidróxido de amonio.

6.6.2 Nitrógeno amoniacal total: Suma de nitrógeno amoniacal combinado presente como iones amonio y como amoníaco libre.

6.6.3 Nitrógeno albuminoide: Nitrógeno presente en los compuestos nitrogenados del agua y liberado como amoníaco por ebullición en presencia de una solución alcalina de permanganato de potasio bajo condiciones definidas.

6.6.4 Nitrógeno orgánico total: Nitrógeno obtenido por diferencia entre los contenidos en nitrógeno Kjeldahl y en nitrógeno amoniacal total.

----\*) En México se utilizan anaranjado de metilo (pH 4.5) para determinar alcalinidad excepto en agua de mar.

6.6.5 Nitrógeno total Kjeldahl: Contenido de nitrógeno orgánico y nitrógeno amoniacal de una muestra, determinado en las condiciones definidas por el método

Kjeldahl. NOTA: Este no incluye ni el nitrógeno de los nitritos, ni el nitrógeno de los nitratos.

6.7 Bioensayo: Técnica de evaluación cualitativa o cuantitativa del efecto biológico de las diferentes sustancias contenidas en el agua mediante la observación de los cambios e una actividad biológica definida.

6.8 Demanda bioquímica de oxígeno (DBO): Concentración del oxígeno disuelto consumido bajo condiciones especificadas por la oxidación biológica de la materia orgánica, inorgánica o ambas, contenidas en el agua.

6.9 Adsorción por carbono/extracción por cloroformo: Aquellos materiales, principalmente orgánicos, que se absorben en carbón activado bajo condiciones específicas, y que posteriormente se extraen en cloroformo antes de ser analizadas.

6.10 Dióxido de Carbono

6.10.1 Dióxido de carbono libre: Dióxido de carbono disuelto en agua.

6.10.2 Dióxido de carbono total: Suma del dióxido de carbono libre y del dióxido de carbono combinado bajo la forma de carbonatos y dicarbonatos en el agua.

6.11 Demanda química del oxígeno (DQOCr): Concentración de oxígeno equivalente a la cantidad de un oxidante especificado, consumida por la materia disuelta o suspendida cuando se trata una muestra de agua con el oxidante bajo condiciones definidas.

6.12 Cloro

6.12.1 Demanda de cloro: Diferencia entre la cantidad de cloro agregada a una muestra de agua y la cantidad de cloro residual total que quede al final de un periodo de contacto especificado.

6.12.2 Cloro residual; cloro disponible; cloro residual total; cloro disponible total; cloro permanente en solución, después de la cloración, presente en forma de "cloro combinado" o ambos.

6.12.3 Cloro combinado; cloro combinado disponible; cloro combinado residual; Parte del cloro residual total presente bajo la forma de cloraminas, de cloraminas orgánicas y de tricloruro de nitrógeno.

6.12.4 Cloro libre: cloro libre disponible; cloro libre residual; cloro libre residual disponible: Cloro presente bajo la forma de ácido hipocloroso, de iones hipoclorito o de cloro elemental disuelto.

6.13 Corrosividad: Propiedad de un agua para atacar ciertos materiales mediante una acción química, fisicoquímica o bioquímica.

6.14 Índice de dicromato con dicromato (DQO): Demanda química de oxígeno cuando es determinada por un procedimiento normalizado, utilizando dicromato como oxidante (ver 6.11).

6.15 Índice de permanganato; oxidabilidad como permanganato (DQOMn): Demanda química de oxígeno cuando es determinada por un procedimiento



normalizado, utilizando permanganato como oxidante (ver 6.11).

6.16 "Determinado" \*): Lo que va a ser determinado.

6.17 Curva del oxígeno disuelto: Curva obtenida gráfica o matemáticamente que representa el perfil de contenido de oxígeno disuelto a lo largo de un curso de agua.

6.18 Dureza: Propiedad del agua que se manifiesta por una dificultad para formar espuma con jabón, esta se debe principalmente a la presencia de iones de calcio y magnesio.

6.18.1 Dureza alcalina; dureza temporal: Dureza que se elimina por ebullición; esta se debe normalmente a la presencia de bicarbonatos.

6.18.2 Dureza no alcalina; dureza permanente: Dureza que permanece después de la ebullición; se debe principalmente a la presencia de sulfatos, cloruros y nitratos de calcio y de magnesio.

6.19 Análisis automático directo; "análisis in line"; análisis directos: "análisis in situ": Sistema automático de análisis en el que por lo menos el sensor de medición se sumerge en el cuerpo de agua.

6.20 Índice de Langelier: Valor obtenido al restar el pH saturación (pHs) al pH medido de la muestra de agua. pHs es el pH calculado que deberá obtenerse si el agua está en equilibrio con el carbonato de calcio sólido.

6.21 Análisis automático indirecto; "análisis in line"; análisis en línea: Sistema de análisis automático en el cual la muestra es tomada del cuerpo de agua por una sonda hacia el equipo de análisis por medio de un conducto apropiado.

\*) Este término no se emplea con esa aceptación en español.

6.22 Parámetro: Propiedad del agua utilizada para caracterizarla.

6.23 Repetibilidad \*): Similitud entre los resultados obtenidos con el mismo método en un material idéntico sometido a prueba en las mismas condiciones (analista, laboratorio, aparatos) y realizados en serie.

En ausencia de alguna indicación especial la repetibilidad debe caer dentro del 95% de la probabilidad estadística.

6.24 Reproducibilidad \*\*): Similitud entre resultados individuales obtenidos con el mismo método en un material idéntico sometido a prueba pero en condiciones diferentes (analista, aparatos, laboratorios) realizados en ocasiones diferentes. En ausencia de



alguna indicación especial la reproducibilidad debe caer dentro del 95% de la probabilidad estadística.

6.25 Salinidad: Una medida de la concentración de las sales disueltas, principalmente cloruro de sodio, en aguas salinas y agua de mar.

6.26 Sensibilidad (K): Para un valor dado de una variable medida, la sensibilidad es expresada por el cociente del incremento del valor, observado (dl) entre el incremento correspondiente de la medida (dG). (Obtenida de la Organización Internacional de Metrología Legal).

6.27 Sólidos

6.27.1 Sólidos totales

Es el material que permanece como residuo en una cápsula previamente tarada después de evaporar y secar una muestra a una temperatura de 376K - 378K (103C - 105C). Corresponde a la suma de los sólidos suspendidos totales y los sólidos disueltos totales.

6.27.2 Sólidos fijos totales: Es el material que permanece como residuo de la calcinación a 823K + 50K (550C + 50C).

\*) En otros campos de aplicación la repetibilidad se expresa como la precisión dentro de una serie de determinaciones y el 95% de probabilidad estadística como + 2 desviaciones.

\*\*) En otros campos de aplicación la reproducibilidad se expresa como la precisión fuera de la serie y el 95% de probabilidad estadística con + 2 desviaciones estándar.

6.27.3 Sólidos volátiles totales: Es el material que se volatiliza en la calcinación a 823K

+ 50K (550C + 50C). Corresponde a la diferencia en peso entre los sólidos totales y los sólidos fijos totales.

6.27.4 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 poco de 1.2 m secado y llevando a peso constante a una temperatura de 376K - 378K (103C - 105C).

6.27.5 Sólidos suspendidos fijos: Son aquellos sólidos suspendidos que permanecen como residuo de la calcinación a 823K + 50K (550C + 50C).

6.27.6 Sólidos suspendidos volátiles: Son aquellos sólidos suspendidos que se volatilizan



en la calcinación a 823K + 50K (550C + 50C). Corresponde a la diferencia en peso de los sólidos suspendidos totales y los sólidos suspendidos fijos.

6.27.7 Sólidos disueltos totales: Es el material soluble constituido por materia inorgánica y orgánica que permanece como residuo después de evaporar y secar una muestra filtrada a través de un filtro de vidrio con poro de 1.2 m a una temperatura de 376K - 378K (103C - 105C). Corresponde a la diferencia en peso de los sólidos totales y sólidos suspendidos totales.

6.27.8 Sólidos disueltos fijos: Son aquellos sólidos disueltos que permanecen como residuo de la calcinación a 823K + 50K (550C + 50C).

6.27.9 Sólidos disueltos volátiles: Son aquellos sólidos disueltos que se volatilizan en la calcinación a 823K + 50K (550C + 50C).

6.27.10 Sólidos sedimentables: Porción de sólidos inicialmente suspendidos susceptibles de ser eliminados después de un periodo conveniente de sedimentación en las condiciones específicas.

6.28 Suspensión coloidal: Suspensión que contiene partículas, con frecuencia cargadas eléctricamente, que no sedimentan pero que pueden ser eliminadas por floculación y/o coagulación.

6.29 Índice volumétrico de lodos (IVL): Medida empírica de la rapidez de sedimentación de un lodo activado; los detalles del método de medición pueden variar considerablemente y los resultados son comparables solo bajo las mismas condiciones.

6.30 Relación de absorción de sodio (RAS): Relación utilizada para expresar, en el caso de las aguas designadas a la irrigación, la actividad relativa de los iones de sodio en las reacciones de intercambio con el suelo.





Cuantitativamente:

$$RAS = \frac{Na^+}{Ca^{++} + Mg^{++}}$$

Donde:

Na<sup>+</sup>, Ca<sup>++</sup> y Mg<sup>++</sup> son respectivamente las concentraciones en miliequivalentes por litros.

6.31 Conductancia específica; conductancia eléctrica; conductividad eléctrica: El recíproco de la resistencia, de una solución acuosa medido según condiciones específicas, entre las fases opuestas de una celda e dimensiones definidas.

Para un análisis de calidad del agua, esto se expresa a menudo como "conductividad eléctrica" y puede usarse como una medida de la concentración de solutos ionizable presentes en la muestra.

6.32 Agente tensoactivo; surfactante: Compuesto que reduce la tensión superficial cuando se disuelve en agua o en soluciones acuosas o que reduce la tensión interfacial enredos líquidos, o entre un líquido y en sólido, o un líquido y una fase gaseosa.

6.32.1 Agente tensoactivo anionico: Surfactante que posee uno o más grupos funcionales ionizables en soluciones acuosas, que producen iones orgánicos cargados negativamente responsables de la actividad superficial.

6.32.2 Agente tensoactivo catiónico: Surfactante que posee uno más grupos funcionales ionizables en soluciones acuosas, que producen iones orgánicos cargados negativamente responsables de la actividad superficial.

6.32.3 Agente tensoactivo no iónico: Surfactante no ionizable en soluciones acuosas. La solubilidad en el agua se debe a la formación de puentes de hidrógeno por la presencia de grupos funcionales que tienen una fuerte afinidad por el agua.

6.33 Carbono orgánico total (COT): Todo aquel carbono presente en la materia orgánica que se disuelve o se suspende en el agua.

6.34 Turbiedad: Disminución de la transparencia de una masa de agua debido a la presencia de partículas finamente dispersas en suspensión.



## 7 TERMINOS DIVERSOS

7.1 Diatomeas: Algas unicelulares de la especie Bacillariophyceae que poseen paredes celulares silicosas.

7.2 Eutroficación: El enriquecimiento del agua, tanto dulce como salina, por nutrientes especialmente compuestos de nitrógeno y fósforo que aceleran el crecimiento de algas y formas vegetales superiores.

7.3 Contaminación: Degradación de la calidad del agua para un vaso determinado.

## 8 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma coincide básicamente con la Norma Internacional ISO/6107/2. water Quality - Vocabulary - part 2 First Edition- 1981.



## DETERMINACIÓN DE LA CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA

### INTRODUCCIÓN

La conductividad electrolítica es una expresión numérica de la capacidad de una solución para transportar una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones, de su concentración total, de su movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura.

La determinación de conductividad es de gran importancia pues da una idea del grado de mineralización del agua natural, potable, residual, residual tratada, de proceso o bien del agua para ser usada en el laboratorio en análisis de rutina o para trabajos de investigación.

El valor de conductividad es un parámetro regulado por límites máximos permisibles en descargas de aguas residuales al alcantarillado o a cuerpos receptores, también es un parámetro de calidad del agua para usos y actividades agrícolas, para contacto primario y para el consumo humano.

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

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

### 2 PRINCIPIO

Este método se basa en la propiedad que adquiere el agua de conducir la corriente eléctrica cuando tiene iones disueltos.

La conducción de la corriente eléctrica en agua, puede explicarse por medio de la disociación electrolítica. Cuando se disuelve en agua un ácido, una base o una sal, una porción se disocia en iones positivos y otra en negativos.



Los iones se mueven independientemente y se dirigen a los electrodos de carga opuesta mediante la aplicación de un campo eléctrico.

La cantidad de moléculas que se han disociado depende de la concentración de la solución. Las soluciones, al igual que los conductores metálicos obedecen a la Ley de Ohm, excepto en voltajes muy elevados y corrientes de frecuencia muy alta.

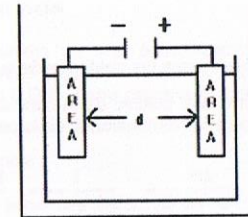


Si en una solución electrolítica se colocan dos electrodos de área A separados por una distancia d, y se aplica un campo eléctrico E, la diferencia de potencial V entre los electrodos será proporcional a la distancia d y al campo eléctrico E.

$$V = dE \quad (1)$$

donde:

V es la diferencia de potencial entre los electrodos en volts; E es el campo eléctrico aplicado en amperes, y D es la distancia de separación entre las placas en cm.



La conductancia específica o conductividad  $\square$  es inversamente proporcional a la resistencia eléctrica y está definida por la relación:

$$\square \rightarrow \frac{J}{E}$$

(2)

onde:

J es la densidad de corriente, y  
E es la carga eléctrica.  
La densidad de corriente J se define a su vez por la ecuación:

$$J = \frac{I}{A}$$

donde:

I es la intensidad de corriente, y  
A es el área.

Combinando las ecuaciones (1), (2), y (3) se obtiene que la diferencia de potencial V es:



$$V = \frac{Id}{A}$$

(4)

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

$$R = \frac{d}{\square A}$$

(5)

Por lo que la ecuación (4) se transforma en la ley de Ohm.

$$V = \frac{IR}{\square}$$

De la ecuación (5) se obtiene que las unidades de la conductancia específica son:

La ecuación anterior permite el cálculo de la conductancia específica de la disolución conociendo su resistencia y las dimensiones de la celda de conductividad.

$$\sigma = \frac{d}{RA} = \frac{\text{cm}}{\text{ohm} \times \text{cm}^2} = \frac{1}{\text{ohm} \times \text{cm}} = \frac{\text{Siemen}}{\text{cm}} \quad (7)$$

Se define como constante  $K$  de la celda de conductividad a la relación existente entre la distancia de los electrodos  $d$ , y su área  $A$ .

$$K = \frac{d}{A}$$

Por lo que la fórmula de conductividad está dada por:

$$\square = \frac{K}{R} \quad (9)$$

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

### 3 DEFINICIONES

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

#### 3.1 Aguas naturales

Agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, de tormenta residual y superficial.

#### 3.2 Aguas residuales

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

#### 3.3 Bitácora

Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los



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

#### 3.4 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.

#### 3.5 Calibración inicial

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

#### 3.6 Conductancia

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

#### 3.7 Conductividad electrolítica ó conductancia específica. ( $\square$ )

Recíproco de la resistencia en Ohms medida entre las caras opuestas de  $1 \text{ cm}^3$  de solución acuosa a una temperatura específica.

$$\sigma = \frac{1}{R_s} = \frac{K}{R_m} \left[ \frac{\text{Siemens}}{\text{centímetro}} \right] = \frac{S}{\text{cm}}$$

donde:

$R_s$  es la resistencia específica, y  
 $R_m$  es la resistencia medida.



Unidades:

$$1 \frac{S}{cm} [=] = 10^4 \frac{\mu S}{cm} = 10^3 \frac{mS}{m}$$

3.8 Constante de celda( K)  
A la relación que existe entre la distancia de los electrodos d, y su área A

$$K = \frac{d}{A} = \frac{1}{cm} = cm^{-1}$$

3.9 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.

3.10 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 fórmula:

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

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

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

3.12 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.

3.13 Error aleatorio

Resultado de una medición menos la medida que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad.

3.14 Error de medición

Resultado de un mensurando menos un valor verdadero del mensurando o un valor convencionalmente verdadero.

3.15 Error relativo

Error de medición dividido por un valor verdadero o convencionalmente verdadero del mensurando.

3.16 Error sistemático

Medida que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo



mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad menos un valor verdadero del mensurando.

3.17 Exactitud

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

3.18 Material de referencia

Material o sustancia en el cual uno o mas 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.

3.19 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.

3.20 Medición

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

3.21 Mensurando  
Magnitud particular sujeta a medición.

3.22 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.

3.23 Muestra simple

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

3.24 Parámetro

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

3.25 Patrón (de medición)

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

3.26 Patrón nacional (de medición)

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

3.27 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.

3.28 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

3.29 Patrón secundario

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

3.30 Patrón de trabajo

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

3.31 Precisión

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:

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

donde:

- $\bar{x}$  es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
- $t_{\alpha/2}$  Se debe emplear el valor de la  $t$  de Student para un nivel de significancia del 95 %;
- $s$  es la desviación estándar de la muestra;
- $n$  es el número de réplicas, y

$x$  es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

3.32 Resistencia(R)

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

3.33 Resistividad electrolítica (R)

La resistencia en Ohms medida entre las caras opuestas de 1 cm<sup>3</sup> de una solución acuosa a una temperatura específica.

Unidades: Ohmcm=  $\Omega$ ohm-cm

3.34 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.

3.35 Verificación de la calibración

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

## 4 REACTIVOS Y PATRONES

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se especifique otra cosa.

Antes de preparar las disoluciones patrón el agua debe prepararse como a continuación se indica: hervir el agua bidestilada o desionizada durante 15 min y enfiarla en condiciones de protección contra la redisolución de CO<sub>2</sub> atmosférico. Minimizar el contacto con la atmósfera.

- Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:  
a) Resistividad: megohm-cm a 25°C: 0,2 min; b) Conductividad: \*S /cm a 25°C: 5,0 Máx.; c) pH: 5,0 a 8,0;
- Alcohol, 95% Alcohol Etilico, Alcohol Isopropilico, o Alcohol Metílico;
- Agua regia. Mezclar 3 volúmenes de Acido Clorhídrico concentrado, (HCl, 38%, d= 1,19) con 1 volumen de Acido Nítrico concentrado, ( HNO<sub>3</sub>, d= 1,42);
- Éter Etilico;
- Acido Clorhídrico concentrado ( HCl, 38 %, d= 1,19 );
- Acido Cloroplátnico (H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>6H<sub>2</sub>O);
- Acetato de Plomo Pb(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>;
- HCl (1+1). Mezclar 1 volumen de Acido Clorhídrico concentrado con 1 volumen de agua,

- Disolución de platinización. Disolver 1,5 g. de Acido Cloroplátinico en 50 mL de agua conteniendo 0,012 5 g de Acetato de Plomo;
- Cloruro de Potasio;
- Cloruro de Sodio;
- Disolución A, patrón de Cloruro de Potasio 0,1 mol/L: secar el Cloruro de Potasio, disolver 7,456 g en agua a 25 °C y aforar a 1 000mL. La conductividad de la solución a 25°C es de 1 290 mS/m; Disolución B, patrón de Cloruro de Potasio 0,01mol/L. Diluir 100mL de la disolución de 0,1 mol/L con agua a 1 000mL a 25°C. La conductividad de la disolución a 25°C es de 141 mS/m;
- Disolución C, patrón de Cloruro de Potasio 0,001mol/L. Diluir 100 mL de la disolución B con agua a 1 000mL a 25°C. La conductividad de la solución a 25°C es de 14,7 mS/m, y
- Disolución D, patrón de Cloruro de Sodio 1 000mg/L. Secar a 105 °C durante 2 h. Pesar 1,000 0 g de NaCl y disolver en agua a 25 °C, aforar a 1 000mL. La conductividad de la disolución a 25°C es de 199 mS/m.

**TABLA 1.- Conductividad electrolítica de disoluciones de Cloruro de Potasio**

| Concentración de Cloruro de Potasio (KCl) mol/L | Conductividad electrolítica a 25°C mS/m |
|---|---|
| 0,000 5   | 7,4                                     |
| 0,001   | 14,7                                    |
| 0,005   | 72                                      |
| 0,01  | 141                                     |
| 0,02  | 277                                     |
| 0,05  | 670                                     |
| 0,1   | 1 290                                   |
| 0,2   | 2 480                                   |

**TABLA 2.- Conductividad electrolítica de soluciones de Cloruro de Sodio**

| Concentración de Cloruro de Sodio (NaCl) mol/L | Conductividad electrolítica a 25°C mS/m |
|--|---|
| 0,001  | 12,4                                    |
| 0,01   | 118,6                                   |
| 0,1  | 1 066                                   |
| 0,5  | 4 665                                   |

## 5 MATERIALES

- Todo el material volumétrico utilizado en este procedimiento debe ser clase A con certificado o en su caso debe estar calibrado;
- Termómetro;
- Celda de conductividad;
- Celda de conductividad tipo electrodo de platino. Este tipo de celda es en forma de pipeta o de inmersión. La elección de la celda



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

**TABLA 3.- Constantes de celda recomendadas para varios rangos de conductividad**

| Rango de conductividad, $\mu$ S/cm | Constante de celda, cm <sup>-1</sup> |
|------------------------------------|--------------------------------------|
| 0,05 a 20                          | 0,01                                 |
| 1 a 200                            | 0,1                                  |
| 10 a 2 000                         | 1                                    |
| 100 a 20 000                       | 10                                   |
| 1 000 a 200 000                    | 50                                   |

## 6 EQUIPO

- Medidor de conductividad (Conductímetro).- Consistente en una fuente de corriente alterna, un puente de Wheatstone o equivalente, un indicador de valor nulo y una celda de conductividad u otro instrumento que mida el índice de corriente alterna y su voltaje a través de la celda, proporcionando una lectura lineal de la conductividad, con compensador de temperatura manual o automático. Para mediciones en campo, se requiere de un equipo portátil que posea las mismas características que el equipo de laboratorio;
- Un instrumento que mida la conductividad con un error que no exceda el 1% o 1 $\mu$ S/cm, y
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

## 7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 7.1 Cuando sea posible, debe efectuarse la determinación de conductividad directamente en el punto de muestreo sin extraer muestra; si no es posible, tome un volumen mínimo requerido según el



instrumento empleado en un envase de polietileno limpio y determine la conductividad de inmediato.

- 7.2 La determinación de conductividad debe realizarse lo más pronto posible, en especial cuando existe la posibilidad de un intercambio de gases tales como Dióxido de Carbono (CO<sub>2</sub>) y Amonio (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) con la atmósfera, o una posible actividad biológica. Si no es posible la determinación en el sitio de muestreo tomar la muestra en un recipiente de polietileno de alta densidad, con sello hermético, y llenar completamente el recipiente

No requiere de ningún conservador, la actividad biológica puede reducirse mediante la refrigeración a 4°C y en la oscuridad. Tomar la temperatura del agua en el sitio de muestreo. Analizar lo más pronto posible o antes de 24 h.

## 8 CONTROL DE CALIDAD

- 8.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de control de calidad formal.
- 8.2 Es obligatorio para el laboratorio mantener los siguientes registros:
- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis, y
  - Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
    - a) Identificación de la muestra;
    - 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
    - h) 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.

- 8.3 Las lecturas de la balanza analítica utilizada para efectuar las pesadas de los reactivos deben de ser trazables a los patrones del Centro Nacional de Metrología

## 9 CALIBRACION

- 9.1 Calibración del medidor de conductividad: Si el equipo no se usa frecuentemente, calibre el instrumento antes de cada determinación.



Para determinaciones frecuentes establezca la frecuencia de calibración dependiendo de la estabilidad del instrumento utilizado.

- 9.1.1 Seguir las instrucciones del fabricante para la operación del instrumento.
- 9.1.2 Para efectuar la calibración la disoluciones patrón deben estar a 25°C preferentemente o a la temperatura ambiente.
- 9.1.3 El instrumento debe ser calibrado con una disolución patrón de Cloruro de Potasio (KCl) o de Cloruro de Sodio (NaCl) cuyo valor de conductividad sea conocido y esté cercano al intervalo de la conductividad esperada y de la amplitud de resistencia del instrumento, cada vez que se cambie de celda, se platinizen los electrodos o exista alguna causa para dudar de la precisión de las lecturas.

**NOTA.-** Las tablas 1 y 2 muestran concentraciones de disoluciones que pueden ser usadas como patrones para la calibración del instrumento.

- 9.1.4 Enjuagar la celda con porciones de la disolución patrón antes de realizar la calibración para evitar contaminación por electrolitos.
- 9.1.5 Sumergir la celda en la disolución patrón, el nivel de la disolución debe cubrir los orificios de ventilación de la celda, agitar la celda verticalmente para expulsar las burbujas de aire.
- 9.1.6 Seleccionar el rango adecuado de medición en el instrumento, si la lectura no es la correspondiente a la disolución patrón, ajustar con el control de calibración hasta que la lectura del instrumento corresponda al valor de la disolución.
- 9.2 Determinación de la constante de celda  
Enjuagar la celda de conductividad al menos con tres porciones de disolución de Cloruro de Potasio (KCl) 0,01 M. Ajustar la temperatura de la cuarta porción a 25°C ± 0,1 °C, medir la resistencia y anotar el valor de la temperatura. Calcular la constante de celda con la siguiente ecuación:

$$K = (0,001413) (R_{KCl}) / (1 + 0,0191(t - 25))$$

donde:

- R<sub>KCl</sub> es la resistencia medida en ohms a 25°C;  
t es la temperatura observada, °C;  
0,001413 es la conductividad de la disolución de KCl en S/cm, y  
0,0191 es la constante para corrección de temperatura en °C<sup>-1</sup>.

## 10 PROCEDIMIENTO

- 10.1 Medición de la conductividad
- 10.1.1 Preparar el equipo para su uso de acuerdo a las instrucciones del fabricante y seleccionar un electrodo con la constante de celda apropiada para el intervalo de medición en que se usará.
- 10.1.2 La cantidad de la muestra depende del equipo por usar.



- 10.1.3 Las muestras y la disolución de calibración deben estar a 25°C de preferencia o a la temperatura ambiente.
- 10.1.4 Determinar la temperatura de la muestra.
- 10.1.5 Enjuagar la celda con porciones de la disolución de prueba antes de realizar la medición para evitar contaminación de la muestra por electrolitos.
- 10.1.6 Sumergir la celda en la disolución de prueba, el nivel de la disolución debe cubrir los orificios de ventilación de la celda, agitar la celda verticalmente para expulsar las burbujas de aire.
- 10.1.7 Seleccionar el rango adecuado de medición en el instrumento, una vez que se establezca la lectura, anotar el valor de conductividad.
- 10.1.8 Después de cada determinación, retirar la celda de la disolución y enjuagarla con agua desionizada.
- 10.1.9 Reportar los resultados como conductancia específica o conductividad, mS/m a 25°C.

Muchos instrumentos incorporan correcciones de la constante de celda en una función integral y directamente medida de la conductividad obtenida. En su caso multiplicar el valor de la conductancia obtenida por la constante de celda para obtener la conductividad electrolítica.

El factor de conductancia de disoluciones electrolíticas en agua, es casi siempre positivo y de una magnitud de 1 a 3 % por °C, dependiendo de la concentración de los iones electrolíticos y de su naturaleza.

La temperatura de referencia en las mediciones de conductividad es de 25°C por lo que la mayoría de los instrumentos cuentan con compensador de temperatura.

Si no existe en el instrumento el compensador, es necesario ajustar la temperatura de la disolución a prueba a 25°C. No se recomienda efectuar un ajuste matemático por medio de un factor debido a su naturaleza empírica.

Existen factores de corrección por temperatura muy específicos, para la conversión de valores de conductividad de aguas naturales a distintas temperaturas en °C a la temperatura de referencia de 25°C.

## 10.2 Mantenimiento de electrodos

### 10.2.1 Preparación de electrodos

Los electrodos pueden estar deteriorados en la superficie o bien si las constantes de celda no concuerdan con los límites razonables o con los valores nominales de las disoluciones patrón es necesario limpiar y replatinizar los electrodos, siempre que las lecturas sean irregulares, cuando no pueda obtenerse un punto final neto, o cuando la inspección muestre que se han desprendido capas de negro de platino.

Los electrodos de platino son usados para determinaciones de precisión.

### 10.2.2 Limpieza de celda

Mezclar una parte por volumen de Alcohol Isopropílico, 1 parte de etil éter, y una parte de HCl (1+1). Limpiar y enjuagar con agua desionizada.



**NOTA.-** Los electrodos de la celda no se deben lijar o raspar, ya que se puede desprender la capa de platino.

Para remover el negro de platino restante de los electrodos se limpian con agua regia, o por electrólisis con HCl (d= 1,19).

### 10.2.3 Replatinización de electrodos

Platinización de electrodos de la celda con la solución (H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub> 6H<sub>2</sub>O). Se requiere de una celda de platinización que consiste de una fuente de poder de 6 V. d.c., un resistor variable, un miliamperímetro y un electrodo. El depósito de platino es de color negro y debe presentar buena adherencia a la superficie del electrodo

## 11 CÁLCULOS

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

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

$$\sigma = \frac{(1 \times 10^5) K}{R_m + 0,0191(t - 25)}$$

donde:

$\sigma$  es la conductividad, S/cm;  
K es la constante de celda, cm<sup>-1</sup>;  
R<sub>m</sub> es la resistencia medida de la celda, ohms, y  
T es la temperatura de medición, °C

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

$$\sigma = \frac{m (1 \times 10^5) K}{1 + 0,0191(t - 25)}$$

donde:

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





## 12 INTERFERENCIAS

- 12.1 Cuando el agua contenga grandes cantidades de material en suspensión es preferible dejarla sedimentar antes de medir la conductividad con objeto de disminuir la posibilidad de ensuciar el electrodo de la celda.
- 12.2 Evitar que las grasas y aceites cubran el electrodo, porque afectan la precisión de la lectura.
- 12.3 Eliminar las burbujas de aire presentes en la celda de medición.
- 12.4 La exposición de muestras a la atmósfera puede causar cambios en la conductividad/ resistividad, debido a la pérdida o ganancia de gases disueltos ( $\text{CO}_2$  y  $\text{NH}_4$ ). En caso de aguas de bajas concentraciones de materiales disueltos ionizados. El  $\text{CO}_2$ , normalmente presente en el aire puede drásticamente cambiar la conductividad/ resistividad del agua pura. El contacto con aire puede evitarse usando celdas en línea o de flujo continuo.

## 13 SEGURIDAD.

Esta norma no especifica todas las normas de seguridad que deben observarse durante su aplicación. Es responsabilidad del usuario observar las reglas generales y particulares de higiene y seguridad aplicables a las operaciones de muestreo y al manejo de equipos, materiales y reactivos químicos especificados en esta norma.

## 14 MANEJO DE RESIDUOS

- 14.1 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 eliminación de residuos peligrosos.
- 14.2 En pruebas de campo, después de realizar la determinación, la muestra que se haya tomado se regresa al cuerpo de agua muestreado.

## 15 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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



## METODO IODOMETRICO

### INTRODUCCION

El tratamiento por cloración del agua sirve principalmente para destruir los microorganismos que pueden ocasionar daños a la salud. El cloro actúa oxidando la materia orgánica. Un beneficio secundario es mejorar la calidad del agua, como resultado de la reacción del cloro con amoníaco, fierro, manganeso, sulfuro y algunos compuestos orgánicos.

El cloro puede producir efectos adversos como el de intensificar el sabor y olor característicos de fenoles y otros compuestos orgánicos, la formación de compuestos organoclorados que son potencialmente carcinógenos y la formación de cloraminas que producen efectos nocivos a la vida acuática, entre otros.

### 1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece un método iodométrico para la determinación de cloro total en agua potable, cruda y tratada. El método es aplicable a concentraciones de cloro de 0.7 a 15 mg/L.

### 2. REFERENCIAS

Esta norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas

vigentes: NMX-Z-1 Sistema Internacional de Unidades (SI)

NMX-BB-14 Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorios.

NMX-AA-3 Aguas residuales - Muestreo

NMX-AA-89 Protección al Ambiente - Calidad del Agua-Vocabulario Parte I

### 3. PRINCIPIO

El cloro en solución ácida oxida el ion yoduro a yodo, el cual se titula con una solución patrón de tiosulfato de sodio empleando como indicador almidón. La titulación se lleva a cabo a un pH menor de 4, porque la reacción no es estequiométrica a pH neutro debido a la oxidación parcial del tiosulfato a sulfato.



#### 4. INTERFERENCIAS

Causan interferencias positivas las formas oxidadas de manganeso, agentes oxidantes y agentes reductores como sulfuros orgánicos.

La titulación a pH neutro minimiza el efecto interferente de iones férricos y nitritos pero la titulación ácida es preferible, ya que algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7. Se emplea ácido acético en la titulación; el ácido sulfúrico incrementa las interferencias y nunca debe emplearse ácido clorhídrico.

#### 5. MATERIAL

Material común de laboratorio.

#### 6. REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra especificación. Cuando se hable de agua debe entenderse como agua destilada exenta de cloro.

6.1 Ácido acético concentrado (glacial).

6.2 Ioduro de potasio (KI)

6.3 Solución indicadora de almidón.

Disolver 0.5 g de almidón agregándolo lentamente y con agitación en 100 cm<sup>3</sup> de agua hirviendo. Preservar con 125 mg de ácido salicílico, 400 mg de cloruro de zinc o una combinación de 400 mg de propionato de sodio y 200 mg de azida de sodio.

6.4 Solución patrón de tiosulfato de sodio 0.1N.

Disolver 25 g de tiosulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> • 5H<sub>2</sub>O) y aforar a 1000 cm<sup>3</sup> con agua hervida fría y estandarizar con una solución de dicromato de Potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) después de

2 semanas de almacenamiento. Este almacenamiento es necesario para permitir la oxidación de cualquier ion bisulfito presente. Adicionar 1 cm<sup>3</sup> de cloroformo (CHCl<sub>3</sub>) con el fin de minimizar la acción bacteriana.

Valorar el tiosulfato de sodio 0.1N por el siguiente

método: Método de dicromato

Solución patrón de dicromato de potasio 0.100N.

Disolver 4.904 g de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> anhidro calidad patrón primario en agua y aforar a 1000 cm<sup>3</sup>. Almacenar en frasco de vidrio ámbar con tapón esmerilado.



A 80<sup>3</sup> cm de agua añadir, agitando constantemente, 1 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico concentrado (resbalándolo por las paredes del matraz), 10 cm<sup>3</sup> de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 0.100N y 1 g de KI. Mantener durante 6 min en la obscuridad y titular con Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.1N hasta un color amarillo paja; añadir 1 cm<sup>3</sup> de solución indicadora de almidón y continuar la titulación hasta el vire del color azul a verde tenue.

Solución patrón de tiosulfato de sodio 0.01 N  
o 0.025N.

$$\text{Normalidad Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{1}{\text{cm}^3 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ consumidas}}$$

De la solución patrón de tiosulfato de sodio 0.01N, tomar 100 cm<sup>3</sup> y aforar a 1000 cm<sup>3</sup> con agua. Titular la solución por el método mencionado en 6.4 usando dicromato de potasio 0.010N ó 0.025N. Esta solución debe ser valorada diariamente.

NOTA. Soluciones patrón 0.0100N y 0.0250N, son equivalentes respectivamente a 354.5\*g y 886.3 \*g de Cl como Cl<sub>2</sub> en 1 cm<sup>3</sup>.

6.6 Solución de iodo 0.1N.

Disolver 40 g de KI en 25 cm<sup>3</sup> de ayua; añadir 13 g de iodo resublimado y agitar hasta disolver. Transferir a un matraz volumétrico de 1 L y aforar. Estandarizar la solución como sigue:

Transferir exactamente de 40 a 50 cm<sup>3</sup> de solución patrón de tiosulfato 0.1N a un matraz y titular con solución de iodo 0.1N utilizando solución de almidón como indicador.

Alternativamente, preparar directamente la solución patrón de iodo 0.1000N pesando 12.69 g de estándar primario de iodo resublimado. Debido a que pueden ocurrir pérdidas por la volatilidad del I tanto del sólido como de la solución, transferir inmediatamente el sólido a la disolución de KI como se especifica anteriormente. No dejar nunca la solución en recipientes abiertos durante periodos prolongados.

6.7 Solución patrón de iodo 0.282N.

Disolver en un matraz volumétrico de 1L 25 g de KI con un poco de agua y añadir la cantidad suficiente de solución de iodo 0.1N estandarizada para obtener una solución 0.0282N y aforar a 1L con agua. Para un trabajo preciso, es conveniente estandarizar diariamente de acuerdo con lo indicado en el inciso 6.6, utilizando de 5 a 10 cm<sup>3</sup> de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Almacenar en frascos ámbar o en la obscuridad; proteger la solución de la luz directa en todo momento y evitar todo contacto con hule.

#### 7. MUESTREO Y ALMACENAMIENTO

El cloro en solución acuosa es inestable y el contenido de cloro de la muestra decrece rápidamente. La exposición de las muestras a la luz o la agitación fuerte disminuyen la cantidad de cloro. Las muestras pueden almacenarse por un periodo máximo de 2 h.



## 8. PROCEDIMIENTO

### 8.1 Volumen de muestra.

Seleccionar un volumen de muestra de tal manera que gaste entre 0.2 y 20 cm<sup>3</sup> de tiosulfato 0.01N. Se recomienda usar 100 cm<sup>3</sup> de muestra.

### 8.2 Preparación de la muestra.

En un matraz Erlenmeyer poner el volumen de muestra seleccionado. Agregar 3 cm<sup>3</sup> de ácido acético para obtener un pH menor de 4; agregar aproximadamente 1 cm<sup>3</sup> de KI al 10%; agitar la muestra y ponerla en la obscuridad por un periodo de 5 min.

### 8.3 Titulación.

Titular directamente con Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.025N ó 0.01N a un color amarillo paja. Añadir en ese momento 1 cm<sup>3</sup> de solución indicadora de almidón y titular hasta que el color azul formado desaparezca.

### 8.4 Titulación del blanco.

Para corrección de resultados por impurezas, agentes oxidantes o reductores, tomar un volumen de agua igual al de la muestra y seguir el mismo procedimiento de 8.1 a 8.3. Titular como se indica en 8.4.1 u 8.4.2 de acuerdo al color desarrollado.

8.4.1 Si se desarrolla un color azul, titular con Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.01N ó 0.025N hasta la desaparición del color.

8.4.2 Si no hay desarrollo del color azul, titular con una solución de iodo 0.0282N hasta que el color azul aparezca y continuar la titulación con Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.01N ó 0.025N, anotando la diferencia.

## 9. CALCULOS

Para soluciones patrón de cloro:

$$\text{mg Cl como Cl}_2/\text{cm}^3 = \frac{(A - B) \times N \times 35.45}{\text{cm}^3 \text{ de muestra}}$$

Comentario [J1]:

Para determinación de cloro total en muestras de agua:

$$\text{mg Cl como Cl}_2/\text{L} = \frac{(A - B) \times N \times 35.45}{\text{cm}^3 \text{ de muestra}}$$

Comentario [J2]:

donde:

- A = volumen de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gastado en la muestra (cm<sup>3</sup>).
- B = valor absoluto del volumen de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gastado en el blanco (cm<sup>3</sup>)
- N = Normalidad del Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



## 10. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma concuerda parcialmente con la norma internacional ISO/DI/7393/3 - Water Analysis - Determination of free chlorine and total chlorine - Part 3: Iodometric titration method for the determination of total chloride.