



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

### 1.0 OBJETIVO

El propósito de este procedimiento es describir la metodología empleada en el Laboratorio de Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales de ODAPAS Tecámac, para llevar a cabo las actividades relacionadas con la toma de muestras de agua en las diferentes etapas de su tratamiento y la determinación de su estado.

### 2.0 ALCANCE

Toma de muestras del agua en las diferentes etapas del proceso de tratamiento de aguas residuales, verificación y registro de resultados, así como la aplicación de acciones para alcanzar los resultados deseados.

### 3.0 REFERENCIAS

Plan de Calidad, PL-12 Tratamiento de Aguas Residuales por el Proceso de Lodos Activados.  
Manual de Gestión de la Calidad, MGC

### 4.0 RESPONSABILIDADES

El Jefe de las Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales, así como el personal de laboratorio, son responsables del desarrollo, implantación, actualización y mantenimiento del presente procedimiento; así como de asegurar el cumplimiento del mismo en las instalaciones de tratamiento de agua residual, según el objetivo descrito. Es responsabilidad de los Laboratorista llevar a cabo la toma de muestras en todas las etapas del proceso de tratamiento de aguas residuales, así como proponer las acciones que correspondan a fin de lograr los resultados deseados. Así también, deberán llevar a cabo y mantener el registro de revisiones, situaciones observadas y acciones emprendidas.

### 5.0 GENERALIDADES

#### MUESTREO

Los métodos empleados para la recolección de muestras varían de acuerdo con la ubicación del punto de muestreo, accesibilidad a los puntos de muestreo, experiencia y conocimiento de los muestreadores.

Las muestras deberán ser colectadas en envases de vidrio, plástico, polietileno según lo requerido en cada parámetro.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

La temperatura de 4° C es un factor que contribuye a la conservación de las muestras de todos los parámetros que se manejan en el análisis de aguas residuales, sin minimizar la importancia de cada uno de los aditivos que se requieren para evitar que las muestras pierdan las características que la conforman.

los análisis se realicen lo más pronto posible para obtener resultados reales, cuando una muestra no es preservada bajo las condiciones necesarias entonces se obtendrán resultados falsos, ya que conforme pasa el tiempo las muestras pasarán a un estado de descomposición lo que implica una transformación de la muestra.

Existen dos tipos de muestra la compuesta y la simple, en la Norma Mexicana –AA-003-1980 se especifican las condiciones de preservación de las muestras según el parámetro a determinar, además de proporcionar el tipo de muestra que se requiere para el análisis.

La muestra simple es la que se toma en el punto de descarga de manera continua en un día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente el proceso más representativo de las actividades que generan la descarga, durante el tiempo necesario para completar el volumen necesario.

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

### METODO DE MUESTREO Y PRESERVACION DE MUESTRAS PARA DETERMINAR LA DEMANDA BIOQUIMICA DE OXÍGENO(DBO5).

Tomar aproximadamente 1 L de muestra en un colector de vidrio o polietileno y realizar su análisis de manera inmediata de lo contrario, se debe conservar en refrigeración a 4 ° C.

El tiempo máximo de almacenamiento es de 24 Horas bajo las condiciones ya mencionadas.

#### **Procedimiento para el muestreo**

- 1.- Visualizar las características de la ubicación del lugar de descarga
- 2.- Ubicar el punto de muestreo
- 3.- Tomar las medidas de seguridad que se requieran para muestrear.
- 4.- Verificar la calibración del equipo y la limpieza de tu colector.
- 5.- Se puede aplicar la técnica de extracción directa: la cual consiste en muestrear con un envase sostenido por una soga y después se trasvasa al recipiente correcto.
- 6.- Dejar fluir un volumen aproximadamente igual a diez veces el volumen de la muestra.
- 7.- El recipiente de la muestra se debe enjuagar tres veces para que posteriormente se proceda a la toma de muestra.
- 8.- Para almacenar la muestra siga las indicaciones del primer párrafo.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

### METODO DE MUESTREO Y PRESERVACION DE MUESTRAS PARA DETERMINAR LA DEMANDA QUIMICA DE OXÍGENO

Tomar aproximadamente 1 L de muestra en un colector de vidrio o polietileno y realizar su análisis de manera inmediata de lo contrario, se debe conservar en refrigeración a 4 ° C, además de adicionar ácido sulfúrico hasta obtener un pH menor a 2.

El tiempo máximo de almacenamiento es de 28 días bajo las condiciones ya mencionadas.

#### **Procedimiento para el muestreo**

- 1.- Visualizar las características de la ubicación del lugar de descarga
- 2.- Ubicar el punto de muestreo
- 3.- Tomar las medidas de seguridad que se requieran para muestrear.
- 4.- Verificar la calibración del equipo y la limpieza de tu colector.
- 5.- Se puede aplicar la técnica de extracción directa: la cual consiste en muestrear con un envase sostenido por una soga y después se trasvasa al recipiente correcto.
- 6.- Dejar fluir un volumen aproximadamente igual a diez veces el volumen de la muestra.
- 7.- El recipiente de la muestra se debe enjuagar tres veces para que posteriormente se proceda a la toma de muestra.
- 8.- Para almacenar la muestra siga las indicaciones del primer párrafo.

### MÉTODO DE MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS PARA DETERMINAR SÓLIDOS Y SALES DISUELTAS

Tomar un mínimo de 500ml de muestra en envases de polietileno y taparse inmediatamente después de la colecta. Es válido usar muestras compuestas o simples. La muestra debe preservarse a 4° C hasta su análisis y su vida de anaquel es de 7 días aunque se debe procurar hacer el análisis dentro de las 24 horas posteriores a su recolección, la muestra debe estar a temperatura ambiente al momento de su análisis.

#### **Procedimiento para el muestreo**

- 1.- Visualizar las características de la ubicación del lugar de descarga.
- 2.- Ubicar el punto de muestreo.
- 3.- Toma las medidas de seguridad que se requieran para muestrear.
- 4.- Limpiar el colector.
- 5.- Se puede aplicar la técnica de extracción directa: que se refiere a que las tomas de la muestra se realizará con un envase muestreador sostenido por una soga y se trasvasa al recipiente correcto.
- 6.- Dejar fluir un volumen aproximadamente igual a diez veces el volumen de la muestra.
- 7.- El recipiente de la muestra se debe enjuagar tres veces para que posteriormente se proceda a la toma de muestra.
- 8.- Siga las indicaciones del segundo párrafo para almacenar y preservar la muestra.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

### METODO DE MUESTREO Y PRESERVACION DE MUESTRAS PARA DETERMINAR SOLIDOS SEDIMENTABLES

Colectar un volumen de muestra homogéneo y representativo superior a 1L en un frasco de polietileno o vidrio con tapa de boca ancha, teniendo en cuenta que la materia en suspensión no debe adherirse a las paredes del colector.

No se recomienda la adición de conservadores.

La muestra debe ser transportada a 4° C y en el momento del análisis debe estar a temperatura ambiente. El tiempo de almacenamiento es de 7 días, sin embargo se recomienda su análisis dentro de las 24 horas posteriores a su recolección.

#### *Procedimiento para el muestreo*

- 1.- Visualizar las características de la ubicación del lugar de descarga.
- 2.- Ubicar el punto de muestreo.
- 3.- Toma las medidas de seguridad que se requieran para muestrear.
- 4.- Limpiar el colector.
- 5.- Se puede aplicar la técnica de extracción directa: la cual consiste en tomar la muestra con un envase muestreador sostenido por una soga y después se trasvasa al recipiente correcto.
- 6.- Dejar fluir un volumen aproximadamente igual a diez veces el volumen de la muestra.
- 7.- El recipiente de la muestra se debe enjuagar tres veces para que posteriormente se proceda a la toma de muestra.
- 8.- Siga las indicaciones del segundo párrafo para almacenar y preservar la muestra.

### METODO DE MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE MUESTRA PARA MEDIR TEMPERATURA

Colectar un volumen de muestra homogénea aproximadamente de un litro, en un frasco de polietileno o vidrio con boca ancha.

La medición debe ser instantánea.

- 1.- Visualizar las características de la ubicación del lugar de descarga.
- 2.- Ubicar el punto de muestreo.
- 3.- Toma las medidas de seguridad que se requieran para muestrear.
- 4.- Limpiar el colector
- 5.- Se aplicar la técnica de extracción directa.
- 6.- Dejar fluir un volumen aproximadamente igual a diez veces el volumen de la muestra.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

### DETERMINACIONES

#### DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO<sub>5</sub>).

La Demanda Bioquímica de Oxígeno se determina por el método de reflujos abiertos/método de titulación.

Las soluciones que se preparan pueden ser para concentraciones mayores a 50 mgO<sub>2</sub> / L o menores a 5 mgO<sub>2</sub> / L en la DBO.

Material, reactivos y equipo para determinar la Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO<sub>5</sub>).

#### EQUIPO Y MATERIALES

- O Equipo O Equipo de aireación con difusor
- O Incubador: Controlado por termostato a 20°C ± 1°C. Eliminar toda la luz para evitar la posibilidad de producción fotosintética de oxígeno disuelto.
- O Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
- O Medidor de oxígeno disuelto
- O Botellas Winkler de vidrio para incubación con capacidad de 300 mL de aforo total y con boca estrecha, reborde y tapón de vidrio esmerilado, de forma cónica.
- O Contratapa de politetrafluoroetileno u otro material plástico para botella Winkler
  - o Bureta
  - o Guantes
  - o Vidrio de reloj .
  - o Espátula

#### A.-Reactivos

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

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

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

O A.1 Fosfato monobásico de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)

O A.2 Fosfato dibásico de potasio (K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>)

O A.3 Fosfato dibásico de sodio heptahidratado (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>•7H<sub>2</sub>O)



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

- O A.4 Cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
- O A.5 Sulfato de magnesio heptahidratado ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )
- O A.6 Cloruro de calcio anhidro ( $\text{CaCl}_2$ )
- O Cloruro férrico hexahidratado ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
- O Ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- O Hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ )
- O Sulfito de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )
- O 2-cloro-6 (triclorometil) piridina
- O Glucosa grado patrón primario ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )
- O Ácido glutámico grado patrón primario ( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$ )
- O Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ )
- O Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ )

Preparación de soluciones.

- O Disolución amortiguadora de fosfato. Pesar aproximadamente 8,5 g de Fosfato monobásico de potasio (ver inciso 5.1), 21,75 g de fosfato dibásico de potasio (ver inciso 5.2), 33,4 g de fosfato dibásico de sodio heptahidratado (ver inciso 5.3) y 1,7 g de cloruro de amonio (ver inciso 5.4), disolver en 500 mL de agua y aforar a 1 L. El pH de la disolución debe ser de 7,2. Desechar el reactivo (o cualquiera de los siguientes reactivos) si hay algún signo de crecimiento biológico en el frasco de almacenamiento.
- O Disolución de sulfato de magnesio. Pesar aproximadamente 22,5 g de sulfato de magnesio heptahidratado (ver inciso 5.5), disolver en agua y diluir a 1 L.
- O Disolución de cloruro de calcio. Pesar aproximadamente 27,5 g de cloruro de calcio anhidro (ver inciso 5.6), disolver en agua y diluir a 1 L.
- O Disolución de cloruro férrico. Pesar aproximadamente 0,25 g de cloruro férrico hexahidratado (ver inciso 5.7), disolver en agua y diluir a 1 L.
- O Disolución de ácido sulfúrico (0,1N). Agregar aproximadamente 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.8) a 500 mL de agua, mezclar bien y diluir hasta 1 L.
- O Disolución de hidróxido de sodio (0,1N). Pesar aproximadamente 4,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.9), disolver en agua y diluir a 1 L.
- O Disolución de sulfito de sodio. Pesar aproximadamente 1,575 g de sulfito de sodio (ver inciso 5.10), disolver en agua y diluir a 1 L. Esta disolución no es estable; por lo que debe prepararse diariamente.
- O Disolución patrón de glucosa-ácido glutámico. Secar glucosa y ácido

glutámico a  $103^\circ\text{C}$  durante una hora. Pesar aproximadamente y con

precisión 150,0 mg de glucosa (ver inciso 5.12) y 150,0 mg de ácido glutámico (ver inciso 5.13), diluir en agua y aforar a 1 L. Preparar inmediatamente antes de usarla. Esta disolución tiene una DBO5 de 198 mg/L.

O Disolución de cloruro de amonio. Pesar aproximadamente 1,15 g de cloruro de amonio (ver inciso 5.4) y disolver en 500 mL de agua, ajustar el pH a 7,2 con disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 5.21) y aforar a 1 L. La disolución contiene 0,3 mg N/mL.

Procedimiento para determinar la DBO5

### PROCEDIMIENTO

#### 1.- Preparación de agua para dilución

Colocar el volumen requerido de agua en un frasco y añadir por cada litro de agua 1 mL de cada una de las siguientes disoluciones: disolución de sulfato de magnesio (ver inciso 5.17), disolución de cloruro de calcio (ver inciso 5.18), disolución de cloruro férrico (ver inciso 5.19) y disolución amortiguadora de fosfatos (ver inciso 5.16). Preparar el agua de dilución diariamente.

Analizar y almacenar el agua de dilución como se describe en los incisos 10.2 y 10.3, de tal forma que siempre tenga a mano agua de calidad garantizada. Antes de usar el agua de dilución debe ponerse a una temperatura aproximada de 20°C. Saturar con oxígeno aireando con aire filtrado, libre de materia orgánica durante 1 h por lo menos. Si la muestra presenta alto contenido de biocidas como cloro o se sabe de su bajo contenido de materia orgánica, es necesario inocular la muestra.

Si se requiere, sembrar el agua de dilución como se indica en el inciso 4.

#### 2.- Control del agua de dilución

Utilizar este procedimiento como una comprobación aproximada de la calidad del agua de dilución. Si la disminución de oxígeno disuelto del agua excede de 0,2 mg/L, obtener agua de mejor calidad mejorando la purificación o usar agua de otra fuente. Alternativamente si se requiere inhibir la nitrificación, almacenar el agua de dilución sembrada en una habitación oscura a temperatura ambiente hasta que la captación de oxígeno disuelto se haya reducido lo suficiente para cumplir los criterios de comprobación del agua de dilución. No se recomienda su almacenamiento cuando la DBO5 se va a determinar sin inhibir la nitrificación ya que pueden desarrollarse microorganismos nitrificantes durante ese tiempo. Si el agua de dilución no ha sido almacenada para mejorar su calidad, añadir

suficiente inóculo como para un consumo de OD de 0,05 mg/L a 0,1 mg/L en cinco días a 20°C. Al Incubar en un frasco Winkler lleno de agua de dilución durante cinco días a 20°C, el consumo no debe ser mayor a 0,2 mg/L y preferiblemente no menor a 0,1 mg/L.

### 3.- Control de la glucosa-ácido glutámico

Comprobar en cada lote analítico la calidad del agua de dilución, la efectividad del inóculo y la técnica analítica mediante determinaciones de la DBO5 en muestras estándar de concentración conocida. Utilizar la disolución de glucosa-ácido glutámico (ver inciso 5.23) como disolución madre de control. La glucosa tiene una tasa excepcionalmente alta y variable de oxidación, pero cuando se utiliza con ácido glutámico, dicha tasa se estabiliza y es similar a la obtenida en muchas aguas residuales municipales. Alternativamente, si un agua residual particular contiene un componente principal identificable que contribuya a la DBO5, utilizar este compuesto en lugar de la glucosa-ácido glutámico. Determinar la DBO5 de una disolución al 2 % de la disolución de control patrón de glucosa-ácido glutámico utilizando las técnicas expuestas en los incisos 4 a 10

### 4.- Inóculo

#### 4.1 Fuente de la siembra

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

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

### 5.- Control del inóculo

Determinar la DBO5 del material de siembra como para cualquier otra muestra. Esto es



una siembra control. A partir de este valor y de uno conocido de la dilución del material de siembra (en el agua de dilución) determinar el consumo de OD de la siembra. Lo ideal es hacer diluciones tales de la siembra que la mayor cantidad de los resultados presenten una disminución de al menos el 50 % del OD. La representación de la disminución del OD (mg/L) con respecto a los mililitros de siembra, tiene que ser una línea recta cuya pendiente corresponde a la disminución de OD por mililitro del inóculo. La intersección del eje de las abscisas (OD) representa el consumo del oxígeno causado por el agua de dilución y debe ser inferior a 0,1 mg/L (ver inciso 8). Para determinar el consumo de OD de una muestra, se resta el consumo de OD de la siembra, del consumo de OD total. La captación de OD total del agua de dilución sembrada debe oscilar entre 0,6 mg/L y 1,0 mg/L.

### 6.- Pretratamiento de la muestra

#### 6.1 Muestras con pH ácidos o básicos

6.1.1 Neutralizar las muestras a un pH entre 6,5 y 7,5 con ácido sulfúrico o hidróxido de sodio de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más del 0,5 %. El pH del agua de dilución sembrada no debe verse afectado por la dilución de la muestra.

#### 6.2 Muestras que contienen cloro residual

6.2.1 Si es posible, evitar las muestras que contengan cloro residual, tomándolas antes del proceso de cloración. Si la muestra ha sido clorada pero no hay residuo detectable de cloro, sembrar el agua de dilución. Si hay cloro residual, eliminar el cloro de la muestra y sembrar con inóculo (ver inciso 4). No se deben analizar las muestras cloradas sin sembrar el agua de dilución. En algunas muestras, el cloro desaparece en el lapso de 1 h a 2 h después de su exposición a la luz. Esto suele ocurrir durante el transporte o la manipulación de la muestra. Para las muestras en las que el residuo de cloro no se disipe en un tiempo razonablemente corto, eliminar el cloro residual añadiendo disolución de sulfito de sodio.

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

10.6.2.2 La determinación de cloro residual se realiza de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-100 (ver 2 Referencias).

#### 6.3 Muestras sobresaturadas con OD

6.3.1 En aguas frías o en aguas donde se produce la fotosíntesis (aguas de

embalses), es posible encontrar muestras que contienen más de 9,0 mg



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

OD/L a 20°C. Para evitar la pérdida de oxígeno durante la incubación de tales muestras, reducir el OD por saturación, calentando la muestra aproximadamente a 20°C en frascos parcialmente llenos mientras se agitan con fuerza o se airean con aire limpio, filtrado y comprimido.

6.4 Ajustar la temperatura de la muestra a 20°C ± 1°C antes de hacer diluciones.

### 6.5 Inhibición de la nitrificación

6.5.1 Si se requiere inhibir la nitrificación adicionar 3,0 mg de 2-cloro-6 (triclorometil) piridina (ver inciso 5.11) a cada uno de los frascos antes de recolectar o bien adicionar la cantidad suficiente de agua para tener una concentración de 10 mg/L aproximadamente.

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

### 7 Técnica de dilución

7.1 Las diluciones que dan lugar a un OD residual mayor de 1 mg/L y una captación de OD de al menos 2 mg/L después de 5 días de incubación, producen los resultados más confiables. Hacer varias diluciones (al menos 3) por duplicado de la muestra preparada para obtener una captación de OD en dicho intervalo. La experimentación con una muestra concreta permite el uso de un número menor de diluciones. Un análisis más rápido tal como la DQO, presenta una correlación aproximada con la DBO5 y sirve como una guía para seleccionar las diluciones. En ausencia de datos previos, utilizar las siguientes diluciones: de 0 % a 1 % para los residuos industriales fuertes, de 1 % a 5 % para las aguas residuales sedimentadas y crudas, del 5 % al 25 % para el efluente tratado biológicamente y del 25 % al 100 % para las aguas superficiales contaminadas.

7.2 Diluciones preparadas directamente en frascos tipo Winkler. Utilizando una pipeta volumétrica, añadir el volumen de muestra deseado a frascos Winkler individuales de 300 mL. Añadir cantidades adecuadas del material de siembra a los frascos tipo Winkler o al agua de dilución. Llenar los frascos con suficiente agua de dilución, sembrada si es necesario, de forma que la inserción del tapón desplace todo el aire, sin dejar burbujas. No realizar diluciones mayores de 1:300 (1 mL de la muestra en un frasco).

Determinar el OD inicial en uno de los frascos de cada una de las



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

diferentes diluciones. En los frascos de los duplicados de cada una de las diluciones, Ajustar herméticamente el tapón, poner un sello hidráulico y la contratapa e incubar durante 5 días a 20°C.

### 8.- Determinación del OD inicial

#### 8.1 Método yodométrico

La determinación del OD inicial se realiza por medio del método yodométrico de azida modificado, de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-AA-012-SCFI (ver 2 Referencias).

#### 8.2 Método electrométrico

La determinación del OD inicial se realiza por medio del método electrométrico con electrodo de membrana, de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMXAA-012-SCFI (ver 2 Referencias). Los aceites, grasas o cualquier sustancia que se adhiera a la membrana puede ser causa de baja respuesta en el electrodo.

9.- Blanco del agua de dilución. Emplear un blanco del agua de dilución como un control aproximado de la calidad del agua de dilución no sembrada y de la limpieza de los frascos de incubación. Junto con cada lote de muestras, incubar un frasco de agua de dilución no sembrada. Determinar el OD inicial y final como se especifica en los incisos 10.7 y 10.10. El consumo de OD no debe ser mayor de 0,2 mg/L y preferentemente no menor a 0,1 mg/L.

### 10 Incubación

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

### 11.- Determinación del OD final

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

## 11 CÁLCULOS

### 1.1 Calcular la DBO5

11.1.1 Cuando no se utilice inóculo ni diluciones:



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

$$\text{DBO5 (mg/L)} = \text{ODi mg/L} - \text{OD5 mg/L}$$

donde:

ODi mg/L es el oxígeno disuelto inicial, y

OD5 mg/L es el oxígeno disuelto al quinto día.

11.1.2 Cuando se emplea una dilución:

$$\text{DBO5 (mg/L)} = \frac{\text{ODi mg/L} - \text{OD5 mg/L}}{\% \text{ de dilución expresado en decimales}}$$

11.2 Cuando se utiliza inóculo

11.2.1 Sin dilución:

$$\text{DBO5 (m/L)} = \frac{(\text{ODi mg/L} - \text{OD5 mg/L}) - C1 (B1 - B2) (Vt)}{C2(Vm)}$$

11.2.2 Con dilución:

$$\text{DBO5 (m/L)} = \frac{[(\text{ODi mg/L} - \text{OD5 mg/L}) - C1 (B1 - B2) (Vt)]}{C2(Vm)} \quad | \quad P$$

donde:

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

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

C1 es el volumen de inóculo en la muestra;

C2 es el volumen de inóculo en el inóculo control;

Vt es el volumen total del frasco Winkler, y

Vm es el volumen de muestra sembrada.

11.3 Expresar los resultados como CDBO5 si se inhibe la nitrificación.

11.4 Reportar los resultados en mg/L de DBO5 con dos cifras significativas con la precisión (media, desviación estándar) correspondiente.

## 12 INTERFERENCIAS

12.1 El pH ácido o alcalino

12.2 Cloro residual

12.3 Nitritos: Es la interferencia más común en las muestras de DBO5 incubadas. Para eliminarla ver inciso 6.5.

12.4 Sustancias inorgánicas y orgánicas reductoras.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

### Procedimiento para la determinación de la demanda química de oxígeno rango bajo.

Especificaciones:

Rango: 3 a 150 ppm.

Resolución: 1 mg/l

Precisión: desviación estándar  $\pm 22$  a 1000 mg/l

desviación emc típica:  $\pm 1$  mg/l

fuelle de luz: lámpara de tungsteno con filtro de interferencia de banda estrecha a 610 nm.

método: adaptación del método 410.4 de epa. los compuestos orgánicos oxidables reducen el ión dicromato (naranja) a ión cromo (iii) (verde). se determina la cantidad de cromo (iii) formada.

reactivos necesarios:

lotes de reactivos y accesorios:

Procedimiento de medición:

Antes de empezar a utilizar el kit de reactivos es importante que lea cuidadosamente todas las instrucciones y la hoja de normas de seguridad e higiene (hsds). Preste especial atención a todas las advertencias, avisos y notas. El no hacerlo podría dar como resultado graves lesiones al operario.

\*elija una muestra homogénea las muestras que contengan sólidos sedimentables necesitarán ser homogenizadas con una mezcladora.

Para la digestión de la muestra use un reactor calentador con orificios para alojar los viales de digestión (termoreactor mod. HI 839800-01).

precaliente el reactor HANNA HI 839800-01 a 150° c (302° f).

**Importante: no utilice un horno tradicional o microondas porque las muestras que tengan fugas pueden generar una atmosfera corrosiva y posiblemente explosiva.**

\*retire la tapa de un vial de reactivo para dco-LR.

nota: el reactivo es sensible a la luz, por lo tanto deberá almacenar los viales no utilizados en su contenedor y de ser posible en un frigorífico.

\*use la jeringa suministrada para añadir exactamente 2.0 ml de muestra del agua tratada a determinar al vial mientras lo mantiene en un ángulo de 45 grados. (esta es la muestra.)

\*Cierre fuertemente la tapa y mézclelo invirtiendo el vial un par de veces.

**Atención:** dado que el vial se calienta mucho, tenga cuidado al manipularlo.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

\*mediante la otra jeringa limpia, añada a otro vial de reactivo exactamente 2.0 ml de agua destilada, mientras mantiene el vial con un ángulo de 45 grados. Cierre la tapa fuertemente e inviértalo varias veces. (este es el blanco.)

**Atención:** dado que el vial se calienta mucho, tenga cuidado al manipularlo.

**nota:** para una medición de precisión:

- 1) prepare un blanco con cada lote de muestras y use la misma caja de reactivos para el blanco y para las muestras.
- 2) Use dos pipetas graduadas (o en su defecto dos jeringas para insulina), para poner exactamente 2.0 ml de agua destilada y 2.0 ml de muestra en los viales.

\*inserte los viales en el reactor y caliéntelos durante 2 horas a 150°C.

\*al final del periodo de digestión el reactor HANNA se desconectará automáticamente. Espere 10 minutos para permitir que los viales se enfríen hasta aproximadamente 120°C.

\*Se invierte y trasladan los viales a la rejilla por un tiempo de 10 minutos para que obtengan una temperatura ambiente.

**Atención:** dado que los viales todavía están calientes, manipúlelos con cuidado.

\*deje los viales en la parrilla de enfriamiento para que se enfríen a temperatura ambiente. No los agite ni invierta más, de lo contrario las muestras pueden enturbiarse.

\*encienda el fotómetro hi83099.

\*seleccione el número de programa correspondiente a demanda química de oxígeno

### DETERMINACIÓN DEL pH

#### Material, reactivos y equipo para determinar el pH

##### Material

- o Papel absorbente
- o Vasos de precipitado

##### Reactivos

- o Solución Buffer de 4
- o Solución Buffer de 7
- o Solución Buffer de 10
- o Agua destilada

##### Equipo

- o Potenciómetro

#### Procedimiento para determinar el pH (Calibración del potenciómetro)

1.- Sumergir el electrodo en la solución Buffer de pH 7 y verificar que la lectura sea de 7 de lo contrario ajustarlo con el botón de calibración; Enjuagar con agua destilada y no secar el electrodo.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

- 2.- Sumergir el electrodo en la solución Buffer de pH 4 ó 10, verificar que la lectura sea 4 ó 10 de lo contrario ajústalo con el botón de calibración; Enjuaga con agua destilada y seca el electrodo.
- 3.- Sumergir el electrodo en la muestra, verificar la lectura y enjuagar con agua destilada, secar el electrodo.

### **DETERMINACION DE SÓLIDOS Y SALES DISUELTAS**

Material y equipo para determinar Sólidos y Sales Disueltas

Material

- o Cápsulas de evaporación
- o Desecador
- o Crisol Gooch con adaptador de hule
- o Matraz Kitazato de 1-2 L
- o Filtros Whatman con porosidad de 2  $\mu\text{m}$
- o Pinzas para crisol

Equipo

- o Bomba de vacío
- o Estufa eléctrica, para operar 103-105 ° C
- o Balanza analítica con precisión de 0.1 mg
- o Mufla eléctrica para operar a 500-550 ° C

### **Procedimiento para determinar Sólidos Totales**

**IMPORTANTE:** La estufa en todo momento debe mantenerse en 103 ° C ó 105 ° C, así mismo la mufla deberá mantenerse en 550 ° C ó 500 ° C y los residuos entre cada determinación no se desechan, es importante leer toda la práctica antes de comenzar el análisis de la muestra.

- 1.- Introducir las cápsulas de porcelana en la mufla por 20 min.
- 2.- Transferir a la estufa por 20 minutos.
- 3.- Permitir que se enfríen en el desecador durante 10 minutos, para después pesarlas (registrarlo como P).
- 4.- Repetir el ciclo hasta peso constante es decir no debe existir variación mayor a 0.5 mg.
- 5.- Una vez preparadas las cápsulas homogeneizar la muestra y tomar 20 ml de ésta para ser agregados a la cápsula.
- 6.- Transferir las cápsulas a la estufa hasta sequedad total
- 7.- Pesar hasta que alcance peso constante (registrar como P1).

### **Procedimiento para determinar Sólidos Volátiles Totales**

- 1.- Utilizar las cápsulas con el residuo de Sólidos totales e introducir las a mufla por 15-20 minutos.
- 2.- Transferir las cápsulas a estufa por 20 minutos.
- 3.- Permitir su enfriamiento en el desecador durante 10 minutos y pesar (registrar como P2)
- 4.- Repetir el ciclo hasta peso constante.

Procedimiento para determinar Sólidos Suspendidos Totales

- 1.- Es necesario preparar los crisoles Gooch colocando papel filtro Whatman (con la cara rugosa hacia arriba) se puede mojar el papel para una mejor adherencia



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

- 2.- Introducir los crisoles a la mufla por 20 minutos.
- 3.- Transferir a la estufa por 20 minutos.
- 4.- Transferir al desecador durante 10 minutos para que se enfríen y pesar (registrar como P3)
- 5.- Repetir el ciclo hasta peso constante.
- 6.- Homogeneizar la muestra y tomar 20 ml que se transfieren poco a poco en el crisol para su filtración (se debe aplicar vacío en este proceso).
- 7.- Lavar el disco 3 veces con 10 ml de agua destilada.
- 8.- Introducir el crisol a la estufa durante 1 hora.
- 9.- Transferir al desecador para su enfriamiento durante 10 minutos y pesar (registrar como P4)
- 10.- Repetir el ciclo hasta peso constante.

### **Procedimiento para determinar Sólidos Suspendidos Volátiles**

- 1.- Trabajar con los crisoles de SST conteniendo el residuo que debe ser introducido a mufla por 15-20 minutos.
- 2.- Transferir a la estufa por 20 minutos.
- 3.- Permitir su enfriamiento en el desecador durante 10 minutos y determinar su peso (registrar como P5).

### **Procedimiento para determinar Sales Disueltas**

- 1.- Se determina por diferencia entre Sólidos totales menos Sólidos suspendidos totales.

### **Cálculos para determinar Sólidos y Sales Disueltas:**

#### **a) Sólidos Totales mg/L**

FÓRMULA

$$ST = \frac{(P1 - P) * 1000}{\text{Volumen de la muestra}}$$

#### **b) Sólidos Volátiles Totales mg/L**

FÓRMULA

$$SVT = \frac{(P1 - P2) * 1000}{\text{Volumen de la muestra}}$$

#### **c) Sólidos suspendidos totales**

FÓRMULA

$$SST = \frac{(P4 - P3) * 1000}{\text{Volumen de la muestra}}$$

#### **d) Sólidos Suspendidos Volátiles mg/L**

FÓRMULA

$$SSV = \frac{(P4 - P5) * 1000}{\text{Volumen de la muestra}}$$





## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

### e) Sales Disueltas Totales mg/L

$$\text{SDT} = \text{ST} - \text{SST}$$

#### DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES

Material para determinar Sólidos Sedimentables

- o Conos Imhoff
- o Agitador

#### Procedimiento para determinar Sólidos Sedimentables

- 1.- Homogeneizar la muestra.
- 2.- Colocar 1L de muestra en un cono Imhoff.
- 3.- Permitir que sedimente 45 minutos.
- 4.- Agitar mediante rotación con una varilla de vidrio.
- 5.- Dejar en reposo 15 minutos y registrar el volumen de sólidos sedimentados.

#### Cálculos para determinar Sólidos Sedimentables:

Tomar directamente la lectura de sólidos sedimentables del cono Imhoff, reportar la lectura en ml/L.

### MEDICIÓN DE TEMPERATURA

#### Material para medir Temperatura

Termómetro de Mercurio (de inmersión).

#### Procedimiento para medir Temperatura

IMPORTANTE, el termómetro de inmersión tiene una línea marcada indicando hasta donde debe estar sumergido el termómetro para la lectura.

Una vez tomada la muestra sumergir el termómetro (homogenizar sutilmente la muestra con el termómetro y esperar unos segundos para llevar a cabo la lectura.

La medición se deberá realizar por duplicado

#### Registro de Resultado

El registro del muestreo y determinaciones se llevará a cabo en la Bitácora Diaria de las Determinaciones Físico – Químicas.

En caso de requerirse compra o reparación de equipo de laboratorio, éste deberá gestionarse según lo indicado en los procedimientos de calidad del proceso de Gestión y Almacenaje de Insumos y Servicios.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

En caso de detectarse material no conforme dentro del proceso de Tratamiento de Aguas Residuales, éste deberá ser controlado según el Procedimiento de Control del Producto No Conforme, o en su caso, devuelto al Departamento de Almacén para el mismo tratamiento.

En caso de detectarse un “Servicio No Conforme” por parte del personal de Plantas Tratadoras, éste deberá ser reportado por el afectado, según lo indicado en el instructivo de calidad de “Quejas y Sugerencias”, implementado y controlado por la Contraloría Interna del Organismo, y en una segunda instancia, se podrán registrar los comentarios del usuario en la orden de trabajo respectiva.

### 6.0 DISTRIBUCION

- Dirección General
- Dirección de Comercialización
- Dirección de Administración y Finanzas
- Dirección de Operación y Mantenimiento
- Dirección Jurídica
- Contraloría
- Dirección de Construcción
- Dirección de Difusión
- Plantas Tratadoras
- Grupo Auditor

### 7.0 BIBLIOGRAFIA DE APOYO

- ❖ Norma Mexicana **NMX-AA-100-1987** -Calidad del agua- Determinación de Cloro Total Método Yodométrico
- ❖ Norma Mexicana **NMX-AA-030-SCFI-2001**- Análisis de agua- Determinación de la Demanda Química de Oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba
- ❖ Norma Mexicana **NMX-AA-072-SCFI-2001**- Determinación de Dureza Total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas
- ❖ Norma Mexicana **NMX-AA-005-SCFI-2000**- Análisis de agua- Determinación de Grasas y Aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas
- ❖ Norma Mexicana **NMX-AA-012-SCFI-2001**-Determinación de Oxígeno Disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.
- ❖ Norma Mexicana **NMX-AA-034-SCFI-2001**- determinación de Sólidos y sales Disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.
- ❖ Norma Mexicana **NMX-AA-004- SCFI-2000**- Análisis de agua- determinación de Sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.
- ❖ Rodríguez García Lucia K. Determinación de parámetros Fisicoquímicos en la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales “Sierra Hermosa”; División De Biotecnología, Universidad Tecnológica de Tecámac.
- ❖ Norma Mexicana **PROY-NMX-AA-003-SCFI-2006** Aguas residuales, municipales e industriales- Muestreo.



## MUESTREOS Y DETERMINACIONES

### 8.0 TABLA DE REVISIONES

<b>Título:</b>	Muestreos y determinaciones
<b>Código:</b>	PC-12.02
<b>Revisión:</b>	02
<b>Cambio:</b>	Se cambió el procedimiento para la determinación de DBO5
<b>Fecha de Elaboración:</b>	01 de Octubre del 2009
<b>Fecha de Actualización:</b>	07 de mayo 2018

### 9.0 AUTORIZACIÓN

<b>ELABORÓ</b>	<b>REVISÓ</b>	<b>AUTORIZÓ</b>
<b>Alejandro Torres Hernández</b>	<b>Alejandro Sánchez Órnelas</b>	<b>Mariano Gentil Basulto</b>