

# SERIE AUTODIDÁCTICA DE MEDICIÓN DE LA CALIDAD DEL AGUA



## MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS

**Autores:** Rafael F. Gómez Mendoza  
Manuel Sánchez Zarza

**Revisores CNA:** Miriam Beth Arreortúa Cosmes  
Luis Miguel Rivera Chávez

**Editor:** César G. Calderón Mólgora

SUBDIRECCIÓN GENERAL DE ADMINISTRACIÓN DEL AGUA (CNA)  
COORDINACIÓN DE TECNOLOGÍA HIDRÁULICA (IMTA)

©Comisión Nacional del Agua, CNA  
©Instituto Mexicano de Tecnología  
del Agua, IMTA

Edita:

Comisión Nacional del Agua,  
Subdirección General de Administra-  
ción del Agua.  
Gerencia de Recaudación y Control.  
Subgerencia de Inspección y Medi-  
ción.

Instituto Mexicano de Tecnología del  
Agua.  
Coordinación de Tecnología Hidráulica.  
Subcoordinación de Calidad e Hidráulica Industrial.

Imprime:

Instituto Mexicano de Tecnología del  
Agua

ISBN 968-7417-84-6

## PARTICIPANTES

En la realización de este documento,  
colaboraron : Especialistas del Institu-  
to Mexicano de Tecnología del Agua,  
IMTA y de la Subdirección General de  
Administración del Agua, CNA

**Autores:**

**Rafael F. Gómez Mendoza.**  
**Manuel Sánchez Zarza.**

**Revisores CNA:**

**Miriam Beth Arreortúa Cosmes.**  
**Luis Miguel Rivera Chávez.**

**Editor:**

**César G. Calderón Mólgora.**

**Corrector de estilo:**

**Antonio Requejo del Blanco.**

**Diseño:**

**Mayra Leticia Navarrete Morales.**

**Ilustraciones:**

**Eduardo Rodríguez Martínez.**

Para mayor información dirigirse a:

COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA  
SUBGERENCIA DE INSPECCIÓN Y  
MEDICIÓN.

Ing. Roberto Merino Carrión

[merino@sgia.cna.gob.mx](mailto:merino@sgia.cna.gob.mx)

Insurgentes Sur N°1960, 1<sup>er</sup> piso, Co-  
lonia Florida C.P. 01050, México D.F.  
Tel. 01(55)53-22-24-00 ext. 6607,  
Fax ext. 6608.

INSTITUTO MEXICANO DE TECNO-  
LOGÍA DEL AGUA.

SUBCOORDINACIÓN DE CALIDAD  
E HIDRÁULICA INDUSTRIAL

M.I. Marco Antonio Toledo Gutiérrez

[mtoledo@itaco.mta.mx](mailto:mtoledo@itaco.mta.mx)

Paseo Cuauhnáhuac N° 8532, Colo-  
nia Progreso, CP. 62550, Jiutepec  
Morelos.

Teléfono y Fax 01(777) 3-20-87-25

Derechos reservados por Comisión  
Nacional del Agua, Insurgentes Sur  
N° 2140, Ermita San Ángel; C.P.  
01070, México D.F. e Instituto de  
Tecnología del Agua, Paseo  
Cuauhnáhuac N° 8532, Colonia Pro-  
greso, C.P. 62550, Jiutepec, Morelos.

Esta edición y sus características son  
propiedad de la Comisión Nacional  
del Agua y del Instituto Mexicano de  
Tecnología del Agua.

## **CONTENIDO**

## **PÁGINA**

<b>PREFACIO</b>	<b>I</b>
<b>¿PARA QUIÉN? ¿POR QUÉ? Y EVALÚA SI SABES</b>	<b>II</b>
<b>1. CONCEPTOS GENERALES</b>	<b>1</b>
<b>2. MUESTREO Y PRESERVACIÓN</b>	<b>4</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>15</b>
<b>GLOSARIO</b>	<b>16</b>
<b>RESPUESTAS A LAS AUTOEVALUACIONES</b>	<b>19</b>

## PREFACIO

La Comisión Nacional del Agua (CNA), órgano desconcentrado de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT), tiene la atribución de administrar y custodiar las aguas nacionales y sus bienes públicos inherentes. Como parte de la estrategia de la CNA para preservar la calidad de las aguas nacionales, la Subdirección General de Administración del Agua, en colaboración con el Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA) ha editado la primera parte del *Paquete Autodidáctico para Medición de la Calidad del Agua*, que tiene como objetivo capacitar al personal que realiza visitas de inspección, a fin de que la toma y conservación de muestras de agua residual se realice de manera confiable, de forma segura y sin vicios técnicos que pudieran invalidar la visita, así como proporcionarle los principios para identificar y describir los diversos sistemas empleados para el tratamiento del agua residual.

Esta primera parte, consta de ocho unidades que se elaboraron con la finalidad de presentar los procedimientos de manera sintética, amena y sencilla, de tal manera que además de ser manuales de capacitación, sirvan como guías de referencia rápida que unifiquen los criterios en la aplicación de los procedimientos descritos y en la identificación de los sistemas de tratamiento de aguas residuales.

La unidad inicial, denominada *Fundamentos Técnicos para el Muestreo y Análisis de Aguas Residuales*, contiene conceptos básicos sobre contaminación del agua y los requisitos necesarios para llevar a cabo un muestreo conforme a lo estipulado en la NOM-001-ECOL-1996; las siguientes unidades se derivan de ésta, y por ello es recomendable que el usuario de esta serie inicie la autocapacitación con dicha unidad.

La segunda, tercera y cuarta unidad se refieren al muestreo y preservación de contaminantes específicos, así como a las determinaciones en campo (pH, temperatura y materia flotante).

La quinta unidad, llamada *Aforo de Descargas* aborda las técnicas más adecuadas para cuantificar el caudal del agua residual descargada, de acuerdo a las diversas condiciones que puedan presentarse en campo.

La sexta unidad, plantea los procedimientos de seguridad e higiene que los inspectores deben observar durante el desarrollo del muestreo, a fin de asegurar su integridad física y la de la muestra.

Finalmente, las dos unidades restantes se enfocan a la descripción de los principios de funcionamiento de los sistemas primarios y secundarios de tratamiento de aguas residuales, de tal forma que el inspector pueda detallar en el acta los equipos que observa.

Cada unidad cuenta, con una presentación en disco compacto para PC (CD ROM), que resalta los aspectos más importantes señalados en el texto y se apoya en fotografías e ilustraciones adicionales que refuerzan los conceptos planteados.

# MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS

## ¿Para quién?

Este manual se dirige a los especialistas técnicos de las brigadas de inspección y verificación, quienes se encargan del muestreo de las descargas de los usuarios en aguas nacionales.

## ¿Para qué?

Con frecuencia el muestreo es considerado una actividad trivial. ¡Falso! Las dificultades asociadas con la determinación de un sitio que sea representativo de la descarga, con la reactividad de los parámetros muestreados y con las exigencias que marcan las propias técnicas analíticas, hacen del muestreo una actividad compleja, que requiere de la observancia estricta de las técnicas y procedimientos de toma, preservación, transporte y custodia de las muestras.

Este manual se desarrolló para proporcionar al usuario una metodología confiable para llevar a cabo el muestreo y preservación de metales pesados, nitrógeno, fósforo, demanda bioquímica de oxígeno (DBO<sub>5</sub>), sólidos sedimentables (SSe) y sólidos suspendidos totales (SST).

## Evalúa si sabes

¿Qué son los cianuros? ¿Cómo se clasifican?

¿Qué características debe tener el detergente usado para lavar los frascos de las muestras de metales pesados, cianuros, nitrógeno, fósforo y DBO?

¿Se puede utilizar la misma muestra para la determinación de nitrógeno y fósforo? ¿Por qué?

¿Cómo se preservan las muestras de metales pesados?

¿Es necesario modificar el pH de la muestra para sólidos sedimentables y sólidos suspendidos totales?

¿Qué parámetros requieren muestra compuesta?

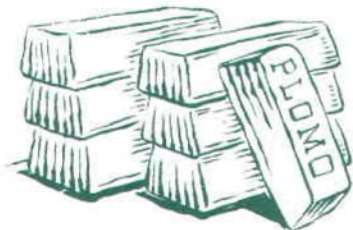


## 1 CONCEPTOS GENERALES

Al término de esta unidad el usuario será capaz de explicar los conceptos básicos involucrados en el muestreo y preservación de metales pesados, cianuros nitrógeno, fósforo,  $\text{DBO}_5$ , S Sed. y SST.

### Metales pesados

Los metales pesados, tales como cadmio (Cd), cobre (Cu), cromo (Cr), mercurio (Hg), níquel (Ni), plomo (Pb) y zinc (Zn), junto con el arsénico (metaloide) son sustancias bioacumulables y por ello sus efectos se pueden reflejar en el mediano o largo plazo. Su forma más tóxica es, generalmente, cuando están ionizados; sin embargo, en ocasiones, al formar complejos se potencia la toxicidad como es el caso del metilmercurio.



Las características fisicoquímicas de cada uno de estos elementos se señalan en el manual *Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales*.

Las fuentes contaminantes que descargan metales son, básicamente, industrias de manufactura o acabado de metales.

### Cianuros

El término cianuro se refiere a todos los compuestos que incluyen el grupo CN (formado por un átomo de carbono y uno de nitrógeno) que se pueden determinar como ion cianuro ( $\text{CN}^-$ ) por los métodos analíticos usados. Tales compuestos se clasifican en cianuros simples y complejos.

Los cianuros simples se representan por la fórmula  $\text{A}(\text{CN})_x$

Donde

A = es un álcali (sodio, potasio, amonio) o un metal.

x = es la valencia de A y es el número de iones CN presentes.

Por ejemplo el cianuro de zinc



A =  $\text{Zn}^{2+}$ .

x = 2.

Los cianuros metálicos complejos se representan por la fórmula  $\text{A}_y\text{M}(\text{CN})_x$

Donde

A = es el álcali presente "y" veces.

M = el metal pesado (hierro ferroso y férrico, cadmio, cobre, níquel, plata, zinc u otros).

x = es el número de iones CN; está dado por la valencia de A tomada "y" veces, más la valencia del metal pesado.

Por ejemplo el aurocianato de potasio



A =  $\text{K}^{1+}$ .

M =  $\text{Au}^{1+}$ .

x = 2.

Los cianuros metálicos simples son poco solubles en agua. Por su parte, los cianuros complejos se disocian y dan lugar a un anión con la siguiente forma  $\text{M}(\text{CN})_x^{y-}$ . Este puede mantener la disociación en función de varios factores, con liberación de  $\text{CN}^-$  y la consiguiente formación de HCN, que es una de las formas más tóxicas del cianuro. Si bien, el pH influye en la disociación de HCN, en casi todos los cuerpos de agua, la mayor parte del cianuro libre se encuentra en esta forma y no disociado, ya que su producto de solubilidad ( $\text{pK}_{s0}$ ) es más alto que el pH de la mayoría de las aguas naturales.

Cuando se cloran efluentes que contienen compuestos de cianuro disociables y cianuro libre, se forma el cloruro de cianógeno (CNCl). Se trata de un gas volátil, ligeramente soluble en agua y muy tóxico al ser inhalado.

La ruptura o transformación de CNCl depende del pH y del tiempo. A pH 9 sin exceso de cloro, el CNCl puede persistir por 24 horas. A pH mayor que 7, el CNCl se hidroliza y forma un compuesto menos tóxico: el cianato (CON) a pH alrededor de 7, el cianato puede seguir oxidándose con cloro para producir  $\text{CO}_2$  y  $\text{N}_2$ .

Las aguas naturales no contienen cianuro, por lo que su presencia indica contaminación por fuentes industriales, tales como la automotriz, de acabado de metales, química, petrolera, de síntesis de plásticos y del acero.

### Nitrógeno

Tanto en los cuerpos de agua como en las descargas, las formas de nitrógeno de mayor interés son, en orden creciente de estado de oxidación: nitrógeno orgánico, nitrógeno amoniacal, nitritos y nitratos. Analíticamente, el nitrógeno amoniacal y el orgánico se determinan juntos; a la prueba se le denomina nitrógeno total o nitrógeno Kjeldahl (por la técnica usada para su determinación).

Todos los estados de oxidación del nitrógeno y el nitrógeno molecular se conectan entre sí por procesos bioquímicos y forman el ciclo del nitrógeno (figura 1.1).

El nitrógeno orgánico se define como

nitrógeno unido al carbono y en estado trinegativo ( $\text{N}^{3-}$ ) e incluye compuestos naturales tales como proteínas, péptidos, ácidos nucleicos, urea y muchos compuestos sintéticos. Los análisis del nitrógeno en sus diferentes formas se han practicado en agua

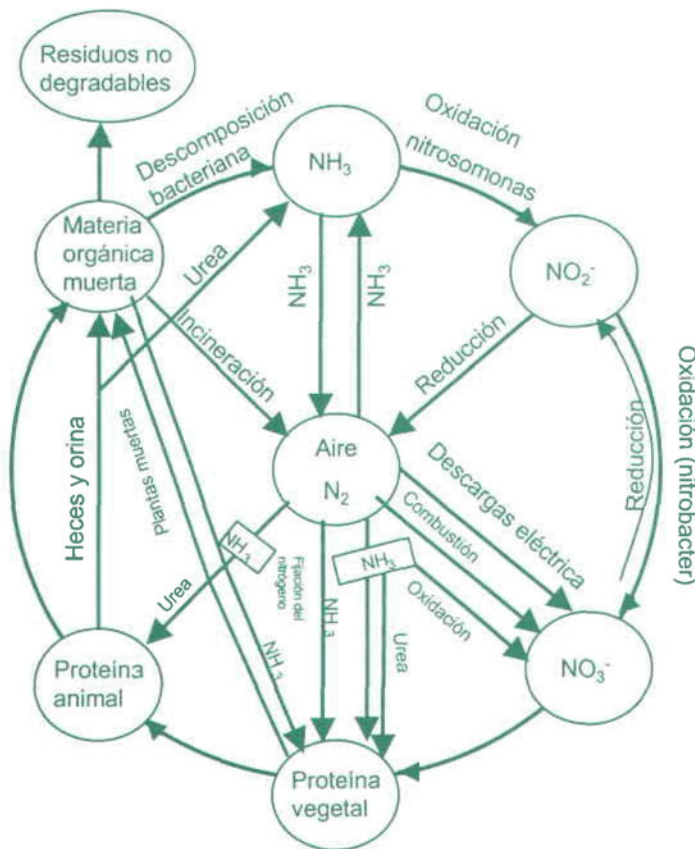


Figura 1.1 Ciclo de nitrógeno.



potable y residual. Durante mucho tiempo estos análisis fueron la base de juicio para determinar la calidad sanitaria del agua, ya que al contener nitrógeno orgánico y amoniacal implica que se han contaminado recientemente con excretas y, por lo tanto, son un peligro para la salud; mientras que las aguas con nitrógeno en forma de nitratos se han contaminado mucho tiempo atrás y ofrecen poco riesgo de adquirir enfermedades gastrointestinales.

El nitrógeno amoniacal está presente en forma natural en aguas superficiales y profundas y en aguas de desecho. Se produce por la desaminación de compuestos que contienen nitrógeno orgánico y por la hidrólisis de la urea. También puede producirse por la reducción de los nitratos en condiciones anaerobias, por bacterias autótrofas nitrificantes del grupo de las nitrosomonas.

Los nitritos están presentes en el agua como compuestos intermedios en los procesos de oxidación o reducción. En abastecimientos de agua superficiales, la presencia de trazas de nitritos puede indicar una contaminación ya que es producido por acción bacteriana. También pueden producirse en las plantas de tratamiento, en los sistemas de distribución y en los sistemas de enfriamiento como resultado de la acción de las bacterias, u otros organismos, sobre el ni-

trógeno amoniacal.

El nitrato es una de las formas de nitrógeno de mayor interés en aguas residuales, se encuentra sólo en pequeñas cantidades en aguas residuales domésticas. Esta forma de nitrógeno es la más favorable para el desarrollo de los organismos fotosintéticos.

### Fósforo

El fósforo es un nutriente esencial para el crecimiento de los seres vivos ya que es un producto que interviene en la generación de energía a nivel celular. Un exceso de fósforo en cuerpos de agua puede estimular el crecimiento de macro y microorganismos fotosintéticos y provocar la eutroficación del cuerpo de agua.



El fósforo se encuentra presente en las aguas naturales y en las aguas de desecho en diversas formas: ortofosfato, fosfato hidrolizado o condensado

o como parte de un compuesto orgánico. Puede presentarse en forma soluble, en partículas suspendidas, en los organismos acuáticos y en los sedimentos de los cuerpos de agua.

Las diversas formas de fosfatos provienen de diversas fuentes, como son: aguas de retorno agrícola, escurrimientos superficiales, aguas residuales domésticas. De procesos industriales para el control de la corrosión y de incrustaciones, de la fabricación de detergentes y de fertilizantes y del procesamiento de alimentos.

### Demanda bioquímica de oxígeno

La demanda bioquímica de oxígeno ( $DBO_5$ ) es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de cinco días. En el manual *Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales*, se explican con detalle las bases de la prueba.

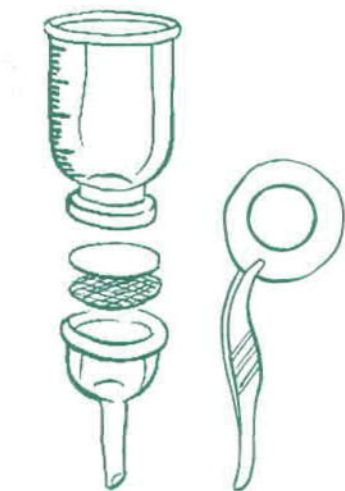
Para el análisis se inhiben los procesos fotosintéticos de producción de oxígeno y se favorece el desarrollo de los microorganismos que efectúan la oxidación de la materia orgánica presente en la muestra. La  $DBO_5$ , por ser una medida de la biodegradabilidad del agua, se utiliza como parámetro de referencia para medir la eficiencia en los procesos biológicos o secun-



darios de tratamiento de aguas residuales.

### Sólidos suspendidos totales

Los sólidos suspendidos comprenden toda la materia particulada que es retenida por un filtro de fibra de vidrio con diámetro nominal de 1.2  $\mu\text{m}$ .



Sus efectos sobre los cuerpos receptores son la interferencia con la penetración de la luz, el posible azolvamiento del cuerpo de agua y, cuando son orgánicos biodegradables, consumen oxígeno disuelto (DBO).

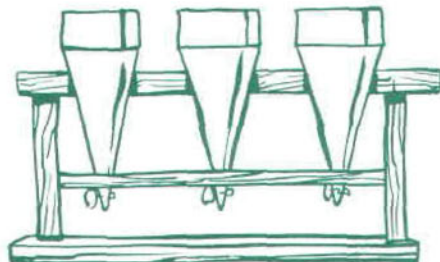
Los sólidos suspendidos provienen de diferentes fuentes: domésticas, agropecuarias e industriales; presen-

tan impacto para la salud y vida acuática principalmente por limitación del paso de luz, inhibiendo fotosíntesis, la disminución de presencia de oxígeno.

Las propiedades de los sólidos suspendidos varían ya sea por forma, tamaño, densidad y composición.

### Sólidos sedimentables

Son sólidos suspendidos cuya densidad es mayor que la del agua. Cuando el agua está en reposo o con movimiento muy lento los sólidos se depositan en el fondo del tanque o recipiente que contiene la suspensión.



## 2 MUESTREO Y PRESERVACIÓN

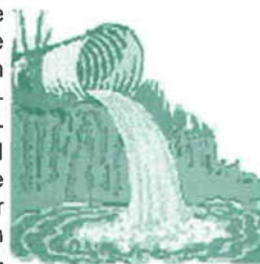
Al término de esta unidad el usuario será capaz de explicar el procedimiento utilizado para la toma de muestras representativas para la determinación de los parámetros descritos en este manual.

Para realizar un muestreo confiable es necesario desarrollar un plan de muestreo y cumplir con ciertos requisitos de seguridad e higiene, tal como se señaló en el manual *Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales*. Una vez satisfechos estos requisitos se realiza el muestreo.

### 2.1 Ubicación del sitio de muestreo

Para la toma de muestra de metales pesados, cianuros nitrógeno, fósforo, DBO, sólidos suspendidos totales y sólidos sedimentables, se selecciona un sitio donde el flujo sea turbulento y la materia flotante no esté atrapada en la superficie.

El sitio se determina de acuerdo con las condiciones de salida del efluente, que puede ser desde un tubo de diferente diámetro hasta la formación de un riachuelo, o el punto en que el efluente se vierte directamente en un cuerpo de agua. Hay que tener en cuenta que las muestras deben representar lo mejor posible las características del efluente que se descarga y tener el volumen suficiente para la determinación de los



parámetros que se describen en este manual.

## 2.2 Material y equipo

Para la toma de muestras se requiere lo siguiente:

### Equipo en general

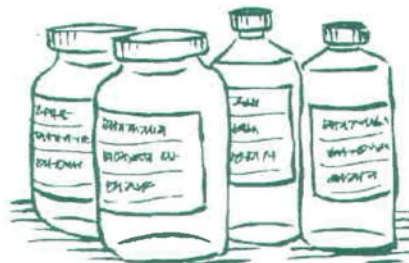
- Muestreador de plástico.
- Botella Van Dorn.
- Etiquetas autoadheribles (ver manual *Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales*) en las que se anota el nombre completo o razón social de la empresa, el número del acta de inspección, el número de muestra, fecha y hora en que se toma la muestra, forma de preservación y tipo de análisis que se realiza.
- Papel pH universal.
- Hieleras con refrigerantes o hielos y un termómetro de  $-5$  a  $10^{\circ}\text{C}$  calibrado y certificado, para corroborar que la temperatura se mantenga a  $4^{\circ}\text{C}$  en la hielera.
- Pipeta Pasteur de plástico o pipetas serológicas.
- Perillas.
- Cubeta y cuerda.

Todos los frascos que se utilizan en el muestreo se lavan con detergente no iónico libre de metales, amoníaco

y fosfato; se enjuagan con agua de la llave y por último se les da un enjuague con agua destilada o desionizada.

### Metales pesados

- Frascos de 1 L de capacidad, hechos de polietileno o polipropileno, con tapa. Los frascos después de lavarse, como se indicó anteriormente, se remojan toda la noche en ácido nítrico al 10 % y se vuelven a enjuagar con agua destilada o desionizada y se dejan secar.



- Ácido nítrico concentrado grado reactivo.

### Cianuros

- Frascos de 1 L de capacidad, hechos de polietileno.
- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 6 Normal o superior.

### Nitrógeno total

- Frascos, de 1 L de capacidad, hechos de polietileno con tapa.
- Ácido sulfúrico concentrado.

### DBO, fósforo total, sólidos suspendidos totales y sólidos sedimentables

- Frascos de 4 L de capacidad, hechos de polietileno con tapa. Los frascos después de lavarse, como se indicó anteriormente, se remojan en una solución de ácido sulfúrico al 10% y se enjuagan con agua destilada o desionizada.

La tabla 2.1 es un recuento de la cantidad de frascos necesarios para un muestreo de 24 horas; además indica el método de preservación. En este caso **no se consideraron los frascos de las muestras que se entregan a los usuarios visitados.**



### Equipo de seguridad:

**Tabla 2.1 Envases necesarios para un muestreo de 24 horas.**

<b>Párametro</b>	<b>Preservación</b>	<b>Frasco</b>	<b>Tipo de muestra</b>	<b>Núm. frasco</b>
Metales pesados	HNO <sub>3</sub> , pH <2, refrigeración 4°C	Frascos de plástico de 1 L de capacidad.	Simple	1x6=6
			Compuesta	1
			Blanco de viaje	1
			Blanco de campo	1
			Muestra doble	1
			Extra	2
Subtotal	12			
Cianuros	NaOH), pH>12, refrigeración 4°C	Frascos de plástico de 1 L de capacidad.	Simple	1x6=6
			Compuesta	1
			Blanco de viaje	1
			Blanco de campo	1
			Muestra doble	1
			Extra	2
Subtotal	12			
Nitrógeno total	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , pH<2, refrigeración 4°C	Frascos de plástico de 1 L de capacidad.	Simple	1x6=6
			Compuesta	1
			Blanco de viaje	1
			Blanco de campo	1
			Muestra doble	1
			Extra	2
Subtotal	12			
DBO, fósforo total, sólidos suspendidos totales, sólidos sedimentables	Refrigeración 4°C	Frascos de plástico de 4 L de capacidad.	Simple	1x6=6
			Compuesta	1
			Blanco de viaje	1
			Blanco de campo	1
			Muestra doble	1
			Extra	2
Subtotal	12			
			<b>Total</b>	<b>48</b>



Se debe usar el equipo de protección personal básico:

- Guantes de látex de acrilonitrilo o de PVC.
- Bata u overol de algodón.
- Botas de suela antiderrapante, botas de hule o pantaloneras.
- Gorra o casco (clase G)
- Lentes de protección y cubrebocas.

### 2.3 Realización del muestreo

Durante el muestreo, además de utilizar el equipo de seguridad, hay que



aplicar las recomendaciones y procedimientos de seguridad señalados en el manual Riesgo y seguridad en el muestreo y análisis de agua residual. En caso necesario, hay que utilizar los



accesorios de seguridad como los equipos respiradores, el detector de gases, etcétera.

Asimismo, no se debe beber, comer, ni fumar en los periodos en que se esté tomando la muestra.

Tampoco tocarse los ojos o la boca sin antes haberse lavado y desinfectado las manos.

Hay que colocar etiquetas de identificación a cada uno de los frascos con todos los datos, tal y como se explicó en el manual *Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales* (figura 2.1).

Antes de tomar las muestras de cada

		No. MUESTRA _____
		FECHA _____
		HORA _____
Nombre o razón social completo del usuario visitado		
Acta de visita N° _____		
Nombre del muestreador: _____		
Identificación de la descarga: _____		
Tipo de muestra Simple ( ) Compuesta ( )		
Preservación: _____		
Análisis solicitado _____		

Fig. 2.1 Etiqueta de identificación.

uno los parámetros de este manual, se deben enjuagar los recipientes tres veces con el agua residual; cada enjuague se debe verter lejos del sitio y procurar que regrese aguas abajo a la corriente de la descarga. Posteriormente, se toma la muestra.

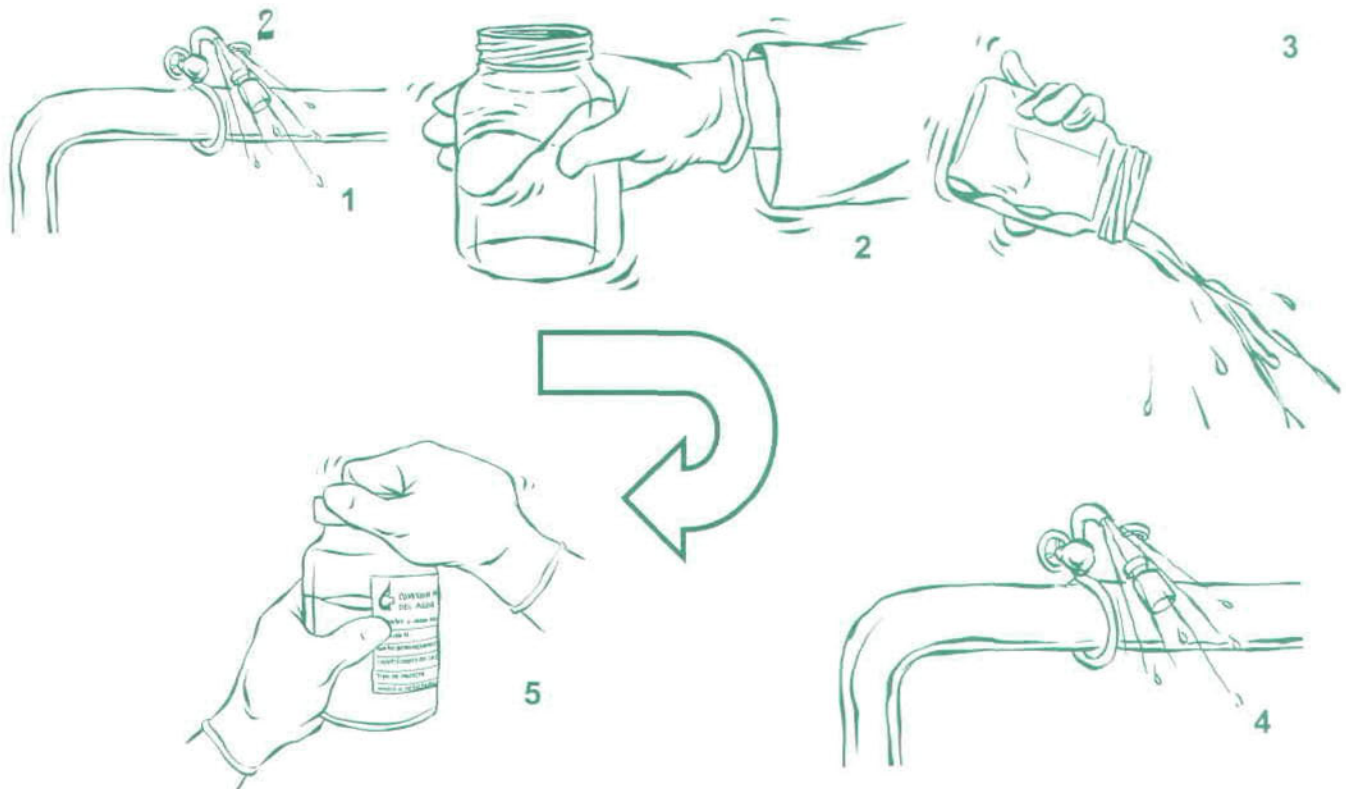
Otra consideración que se debe tener en cuenta es que la muestra para DBO no debe aerarse ni debe quedar aire atrapado dentro de la botella. Si bien, en todas las muestras es necesario que el cierre sea hermético, para la determinación de DBO es esencial que no exista intercambio de gases con la atmósfera, ya que esto puede alterar el valor de la prueba.

A continuación se presentan los posibles escenarios en que se puede llevar a cabo un muestreo.



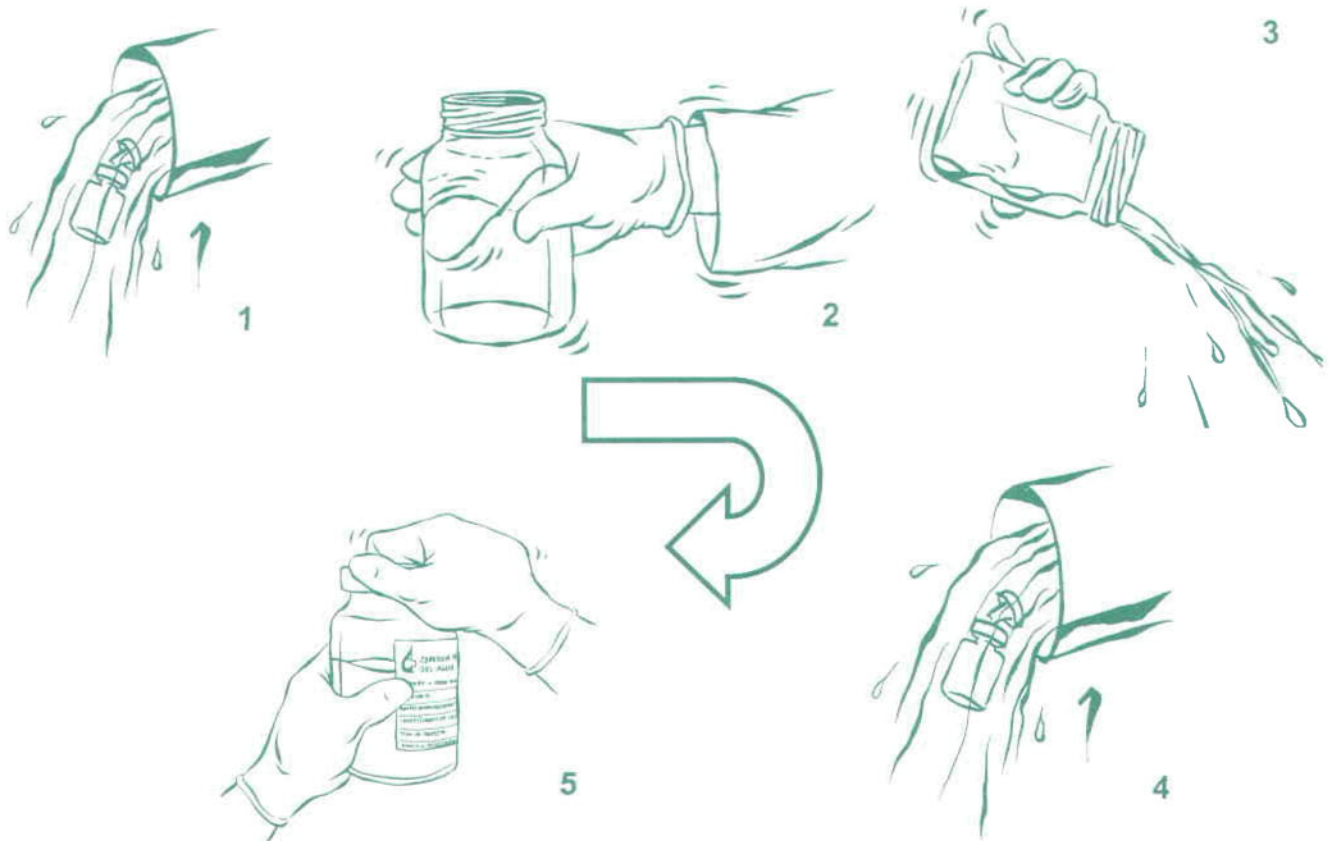
## Muestreo de fisicoquímicos en ductos a presión

En la práctica, en raras ocasiones se encuentran tomas en ductos a presión, pero cuando esto sucede la muestra se hace directamente de dichas tomas. Con el frasco destapado se llena el recipiente, se agita y se vacía. Se repite esta operación tres veces (ilustraciones 1, 2 y 3). Acto seguido se toma la muestra para cada uno de los parámetros.



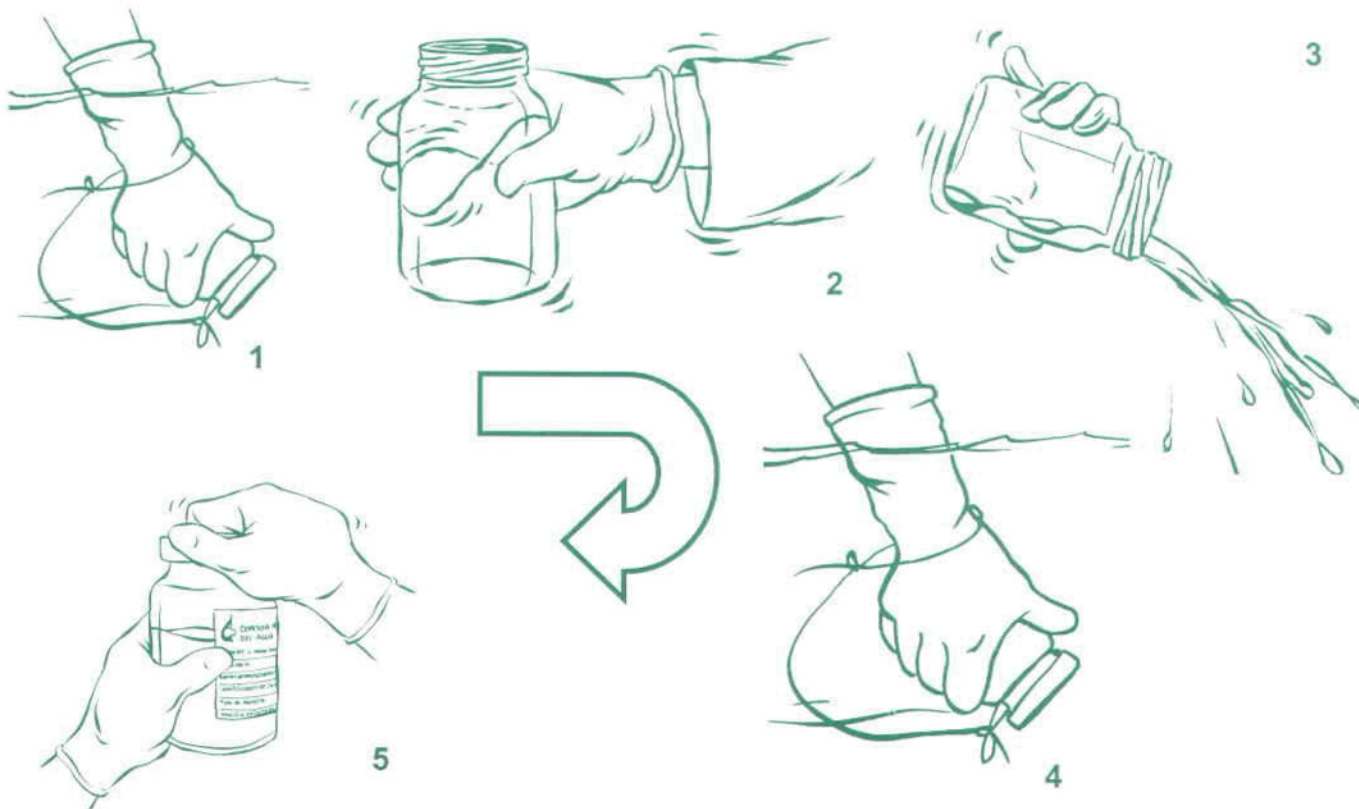
## Muestreo de fisicoquímicos en descargas libres

En descargas libres, se destapa el frasco y se introduce el recipiente en la descarga directamente, se llena el recipiente, se agita y se vacía. Se repite esta operación tres veces (ilustraciones 1, 2 y 3). Acto seguido se toma la muestra para cada uno de los parámetros.



## Muestreo de fisicoquímicos en canales y colectores

En canales o cuerpos receptores, se destapa el frasco y se introduce el recipiente directamente a contracorriente; se llena el recipiente, se agita y se vacía. Se repite esta operación tres veces (ilustraciones 1, 2 y 3). Acto seguido se toma la muestra para cada uno de los parámetros.



## Preservación de la muestra

### 2.4.1 Preservación

La preservación se debe efectuar en cada una de la muestras simples tomadas, y cuando se prepare la muestra compuesta se verifica el pH; si es necesario se ajusta. A continuación se explica cómo se preservan los parámetros analizados en este manual.



#### Metales pesados

La muestra se preserva con ácido nítrico concentrado, se agrega suficiente ácido hasta obtener un pH menor o igual que 2. Esto se verifica con papel pH universal (de 0 a 14). Las muestras se guardan en hieleras a 4° centígrados.

El tiempo máximo previo al análisis es de seis meses. Para mercurio es de 28 días.

Debe tenerse en cuenta que el uso prolongado del  $\text{HNO}_3$  puede fragilizar el material de plástico.

#### Cianuros

Debido a que la mayoría de los cianu-

ros son muy reactivos e inestables, se recomienda que las muestras se analicen lo mas pronto posible. Si la muestra no puede analizarse de inmediato, se preserva con solución 6 Normal de hidróxido de sodio. Se agrega la cantidad suficiente para elevar a un pH mayor o igual que 12 y se verifica con papel pH; se almacena a 4°C. El tiempo máximo de almacenamiento es de 24 horas.

#### Nitrógeno

La muestra se preserva con ácido sulfúrico concentrado, se agrega suficiente ácido para alcanzar un pH menor o igual que 2. Las muestras se guardan en una hielera a 4° centígrados.

El tiempo máximo de almacenamiento es de siete días.

#### Fósforo

La muestra para este parámetro solamente se refrigera a 4°C hasta su análisis. El tiempo máximo de almacenamiento es de 28 días.

#### DBO

Para este parámetro no se agrega ningún preservador a la muestra. Sólo debe conservarse a 4°C hasta su análisis. El tiempo de almacenamiento previo al análisis es de 24 horas.

#### Sólidos sedimentables y sólidos suspendidos totales

Para estos parámetros no se usa ningún preservador químico. Sólo se deben mantener a 4°C hasta su análisis en el laboratorio. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de siete días. Sin embargo, se recomienda realizar los análisis dentro de las 24 horas posteriores a su colecta.

### 2.4.2 Preparación de la muestra compuesta

La muestra compuesta se prepara de acuerdo con los valores obtenidos del aforo de la descarga y los cálculos efectuados para la obtención del volumen de muestra simple necesario para preparar la muestra compuesta, quedando estos cálculos registrados en el formato de los cálculos para preparar las muestras compuestas. (Para mayor información consultar el manual de *Aforo de descargas*.)

Al momento de preparar la muestra compuesta se verifica el pH de la mezcla (metales pesado y nitrógeno < 2, cianuros > 12 ) y si es necesario se ajusta. La muestra compuesta se guarda en una hielera a 4°C hasta su análisis.

**Los blancos de campo y de viaje usados durante el muestreo y la**



**muestra doble llevan el mismo tratamiento de preservación que las muestras preservadas para los diferentes parámetros mencionados en este manual.**

Al término de la preparación de las muestras compuestas se coloca la tapa y se sella el frasco con cinta adhesiva o etiqueta de sellado como en la de la figura 2.2 (en los anexos de *Fundamentos técnicos del muestreo y análisis de aguas residuales*, se especifican las dimensiones de las etiquetas).



Figura 2.2 Etiqueta para sellar los Frascos.

Todos los participantes al muestreo deben firmar la etiqueta de identificación y cinta de sellado de los frascos.

En este momento se deben llenar las formatos oficiales, cadena de custodia y bitácoras con los datos correspondientes.

### Precauciones

El uso de equipo de protección, tal como son guantes de látex de acrilonitrilo o de PVC que cubran hasta el antebrazo de muestreador, bata u

overol y calzado adecuado a las condiciones del sitio, zapatos antiderrapantes, son medidas mínimas de seguridad personal para la toma de muestras de estos parámetros mencionados.

En el proceso de preservación de las muestras se manejan sustancias químicas altamente irritantes y nocivas para la salud, por lo cual es necesario el uso constante de guantes a prueba de ácidos, bata u overol y lentes de protección o mascarilla o careta contra ácidos o, en su defecto, colocarse de espaldas al viento para que los vapores ácidos no se dirijan a la persona que esta fijando la muestra. La preservación no se debe hacer en vehículos en movimiento como son camionetas o lanchas, también hay que hacerlo en sitios de poco tránsito vehicular y humano.

### 2.5 Registro

Es indispensable el uso de tinta indeleble, tanto para las etiquetas como para los formatos de campo.

En la bitácora y registro de campo para toma de muestras en visita de inspección y/o verificación se debe



anotar toda la información referente a las muestras: tipo de frasco utilizado y forma de preservación, volumen de muestra tomado, requerimiento de transporte, parámetros de campo (pH, temperatura del agua y la del ambiente, y materia flotante) y análisis requeridos, nombre de quien toma la muestra y participantes en el muestreo. Si es posible se hace un croquis del sitio y se anota cualquier otra información relevante, que posteriormente será vaciada en el acta de inspección.



### 2.6 Transporte

Durante el transporte los frascos se deben mantener en posición vertical y se acomodan de tal forma que no se golpeen uno con otro; se sugiere envolverlos con plástico burbuja si es posible.

Las hieleras en que se empaacan las muestras (figura 2.3) deben tener un número de identificación consecutivo, el cual debe coincidir con el que se anote en las cadenas de custodia.

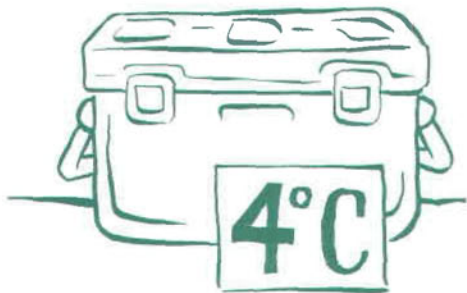


Figura 2.3 Hieleras.

Las hieleras se deben sellar con su respectiva etiqueta (figura 2.4).


 COMISION NACIONAL DEL AGUA
Nombre del usuario: _____
Identificación de la descarga: _____
Núm. de hielera: _____
Fecha de término del muestreo: _____

Figura 2.4 Etiqueta para el sellado de hieleras.

## RESUMEN

Los metales pesados son elementos bioacumulables que producen daño a los organismos vivos; los más notables y comúnmente encontrados son: arsénico, cadmio, cobre, cromo, mercurio, níquel, plomo y zinc.

Los elementos tales como nitrógeno y fósforo son esenciales para los organismos vivos, pero en concentraciones elevadas producen malezas acuáticas y, en consecuencia, reducción de oxígeno en las aguas receptoras.

La demanda bioquímica de oxígeno se refiere a la cantidad de oxígeno requerido por los microorganismos para degradar la materia orgánica.

Los sólidos sedimentables y totales representan a la materia sólida presente en las aguas residuales.

En el muestreo de estos parámetros en aguas residuales se utilizan frascos de polietileno de 1 y 2 L, de acuerdo con el parámetro ya establecido.

En el caso de la preservación para metales, se usa ácido nítrico concentrado y se va agregando la cantidad suficiente para alcanzar un pH igual o menor que 2. La mues-

tra para determinar cianuros en el laboratorio se preserva con una solución concentrada (lentejas) de hidróxido de sodio hasta alcanzar un pH de 12-12.5.

La muestra para la determinación de nitrógeno se preserva con ácido sulfúrico concentrado hasta alcanzar un pH menor o igual a 2.

Las muestras que se toman para determinar fósforo, DBO y sólidos son preservadas en forma química, se mantienen en una hielera a 4°C previa identificación de frascos y hielera, hasta su entrega en el laboratorio de análisis.

Es necesario incluir los blancos de campo y de viaje para control de calidad del muestreo.

De igual forma es importante recabar todos los datos referentes al muestreo en la bitácora del muestreador y en los formatos oficiales correspondientes.

Ya que se manejan sustancias peligrosas durante el muestreo de estos parámetros, se deben seguir las indicaciones mencionadas en el manual de *Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales* y el manual *Riesgo y seguridad en el muestreo y análisis de aguas residuales*.

---

## AUTOEVALUACIÓN

- ¿Qué es un preservador químico?
    - Una sustancia inerte.
    - Una sustancia que mantiene las características de la muestra.
    - Se usa para las muestras de DBO.
  - ¿Cómo se pueden preservar las muestras?
    - Con medios físico.
    - Con medios químicos.
    - Los dos anteriores.
  - ¿En qué momento del proceso de muestreo se deben llenar las etiquetas para los frascos de muestreo?
    - Cuando se sale al campo.
    - Antes de enviar las muestras al laboratorio.
    - En el momento previo a la toma de muestras.
  - ¿Cómo se preservan las muestras para determinar cianuros?
    - Con ácido clorhídrico concentrado.
    - Con ácido nítrico concentrado.
    - Con hidróxido de sodio 6 Normal.
  - Los sólidos suspendidos totales se preservan:
    - Con ácido nítrico concentrado.
    - Con hidróxido de sodio 6 Normal.
    - En refrigeración a 4°C.
  - ¿Cuál es el volumen de muestra que se necesita para el análisis de metales pesados?
    - 2 L.
    - 1 L.
    - 500 mL.
  - ¿Cómo se lavan los frascos que se usan para muestreo de DBO, fósforo, nitrógeno, cianuros y sólidos?
    - Con detergente común y bien enjuagados.
    - Con dextran y agua de la llave.
    - Con detergente libre de compuestos de amonio y fosfato y agua destilada.
  - ¿Cuándo se debe usar un equipo de muestreo?
    - En situaciones de difícil acceso para el muestreador.
    - En todos los lugares de muestreo.
    - Cuando se muestrean metales pesados.
  - Como medidas mínimas de seguridad personal, el personal de muestreo usa:
    - Guantes, gorra y lentes.
    - Guantes, overol o bata y zapatos antiderrapantes.
    - Guantes, casco y muestreadores.
-



---

## BIBLIOGRAFÍA

- Norma Maxicana NMX-AA-003-1980. Aguas Residuales. Muestreo.
- Norma Mexicana NMX-AA-004-SCFI-2000. Análisis de Agua.- Determinación de Solidos Sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.
- Norma Mexicana NMX-AA-014-1980. Cuerpos Receptores. Muestreo.
- Norma Mexicana NMX-AA-026-SCFI-2000. Análisis de Agua.- Determinación de Nitrogeno total Kjeldahl en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.
- Norma Mexicana NMX-AA-028-SCFI-2001. Análisis de Agua.- Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxigeno en aguas naturales, residuales (DBO<sub>5</sub>) y residuales tratadas.
- Norma Mexicana NMX-AA-029-SCFI-2001. Análisis de Agua.- Determinación de Fosforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.
- Norma Mexicana NMX-AA-046-1981. Análisis de Agua.- Determinación de Arsénico.
- Norma Mexicana NMX-AA-058-1982. Análisis de Agua.- Determinación de Cianuros.
- Norma Mexicana NMX-AA-078-1982. Analisis de Agua.- Determinación de Zinc.
- Norma Oficial Maxicana NOM-001-ECOL-1996. Que establece los limites permisibles de contaminates en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.
- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-034-1976. Análisis de Agua.- Determiacion de Solidos.
- Norma Oficial Mexicana NOM-AA-051-1980. análisis de Agua.- Determinacion de Metales.
- Métodos Normalizados para el analisis de aguas Potables y Residuales. APHA-AWWA-WPCF. Editorial: Diaz de Santos. 17 Edición. 1992.
- Diccionario de Química y de Productos Químicos. Gessner. G:H: Ed. Omega. México. 1975.



---

## GLOSARIO

**Agua residual:** Es el 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 halla sufrido degradación o alteración en sus calidad original.

**Amoniaco:**  $\text{NH}_3$  Es el nitrógeno orgánico oxidado por las bacterias nitrificantes y usado como fuente de nitrógeno.

**Amoniaco anhidro:**  $\text{NH}_3$  Es un gas inodoro, de olor ocre, intensamente irritante, más ligero que el aire, soluble en el agua, alcohol y éter. Se utiliza como fertilizante y en la elaboración de ácido nítrico. Es un catalizador de condensación para polímeros, fibras sintéticas, colorantes y es usado como agente neutralizante en la industria del petróleo.

**Anión:** Ion con una carga negativa. Como son: hidroxilo  $\text{OH}$ , carbonato  $\text{CO}_3$ , fosfato  $\text{PO}_4$ .

**Bacterias autótrofas:** Organismo capaces de obtener todo el carbono que necesitan de fuentes inorgánicas. Son capaces de sintetizar materia orgánica a partir de la materia inorgánica.

**Bacterias Nitrosomonas:** Forman parte del grupo de las bacterias nitrificantes las cuales oxidan el amoniaco a nitrito. Otro grupo llamado Nitrobacter oxida el nitrito a nitrato.

**Blanco de campo:** Son frascos con agua destilada o desionizada que se llenan en la estación de muestreo, etiquetan, empacan, sellan y se transportan al laboratorio con las otras muestras. Se usan los blancos de campo para investigar la contaminación en el laboratorio y durante la colecta y envío de las muestras. El laboratorio requiere un blanco de campo por cada día de muestreo.

**Blanco de viaje:** Son frascos con agua desionizada o destilada preparados por el laboratorio. Se mantienen en las mismas hieleras que las otras muestras en cada fase del proceso de colecta, manejo y envío. En el laboratorio se analiza, y si se encuentra contaminación, podría ser que la contaminación ocurriera durante el transporte de muestras o en el almacenaje en el laboratorio. Se requiere uno por cada tipo de preservación.

**Catión:** Es un ion que posee una carga positiva.

**Descarga:** Es el conjunto de aguas residuales que se vierten o disponen en algún cuerpo receptor.

**Disociación:** Proceso por el cual una combinación química se fracciona en compuestos simples como resultado de la adición de energía. Como en el caso de moléculas gaseosas.

---

**Hidrólisis:** Es un proceso en el cual la ruptura o lisis de una molécula está acompañada por la adición o partes de una molécula de agua H y OH.

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

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

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

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

**Muestras doble:** Se usan para verificar la precisión de la colecta de campo o el análisis de laboratorio. Se colectan los duplicados, a la vez que las muestras de calidad del agua, y en el sitio u hora que se crea con mayor contaminación.

**Muestra simple:** Es aquella muestra individual tomada en un corto período de forma tal que el tiempo empleado en su extracción sea el transcurrido para obtener el volumen necesario.

**Nitrato:**  $\text{NO}_3$  Es el resultado de la oxidación del nitrito. Forma del nitrógeno aprovechada por las bacterias comedoras de nitrógeno o nitrificantes.

**Nitrito:**  $\text{NO}_2$  Compuesto inorgánico del nitrógeno que puede ser usado como fuente de energía.

**Nitrógeno Orgánico:** Es el nitrógeno contenido en los aminoácidos y bases nitrogenadas.

**Normal:** Se dice de una solución Normal cuando esta contiene el peso equivalente de una sustancia disuelta por un litro de solución. Ejemplo: Sol. 2N = 2g/lit.

**Sólidos sedimentables:** Son materiales que se detectan en el fondo de un recipiente debido a la sedimentación de estos.

**Sólidos suspendidos totales:** Sólidos constituidos por sólidos sedimentables, sólidos en suspensión y sólidos coloidales, cuyo tamaño de partícula no pase del filtro estándar de fibra de vidrio.

---

**Sólidos totales:** Los sólidos totales es la expresión que se aplica a los residuos de material que quedan en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a temperatura definida. Incluyen a los sólidos suspendidos totales suspendidos y sólidos disueltos o porción de los sólidos totales retenida por un filtro.

**Sustancias Bioacumulables:** Son aquellas que el organismo no puede eliminar y por lo tanto se van acumulando en pequeñas cantidades hasta producir un daño como es el caso del plomo.

**Urea:**  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  Se presenta en la orina y en otros fluidos del organismo. Se presenta en forma de cristales o polvo blanco casi inodoro de sabor salino, es de poca toxicidad, no combustible, se usa como fertilizante, pienso de animales, estabilizante de explosivos.

---

## RESPUESTA A LA AUTOEVALUACIÓN

- 1.- b)
- 2.- c)
- 3.- c)
- 4.- c)
- 5.- c)
- 6.- b)
- 7.- c)
- 8.- a)
- 9.- b)



CENTRO DE CONSULTA DEL AGUA

**PAPELETA DE DEVOLUCION**

El lector se obliga a devolver este libro antes del  
vencimiento del préstamo señalado por el último sello

--	--	--

IMTA/CCA/F/PD

FORMA IMTA-D-036

Apartado Postal 202 CIVAC, Mor. 62500  
Jiutepec, Mor.

# SERIE AUTODIDÁCTICA DE MEDICIÓN DE LA CALIDAD DEL AGUA

SUBDIRECCIÓN GENERAL DE ADMINISTRACIÓN DEL AGUA (CNA)  
COORDINACIÓN DE TECNOLOGÍA HIDRÁULICA (IMTA)

## SERIE VERDE

ISBN	TÍTULO	AUTORES
968-7417-82-X	FUNDAMENTOS TÉCNICOS PARA EL MUESTREO Y ANÁLISIS DE AGUAS RESIDUALES	ANA LUISA ARCE VELÁZQUEZ CÉSAR G. CALDERÓN MÓLGORA ANA CECILIA TOMASINI ORTÍZ
968-7417-85-4	MUESTREO Y PRESERVACIÓN PARA COLIFORMES FECALES Y HUEVOS DE HELMINTO	ANA CECILIA TOMASINI ORTÍZ
968-7417-83-8	MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE GRASAS Y ACEITES, Y DETERMINACIÓN DE CAMPO DE pH, TEMPERATURA Y MATERIA FLOTANTE	ANA LUISA ARCE VELÁZQUEZ
968-7417-86-2	IDENTIFICACIÓN Y DESCRIPCIÓN DE SISTEMAS PRIMARIOS PARA EL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES	CÉSAR G. CALDERÓN MÓLGORA
968-7417-88-9	AFOROS DE DESCARGAS	ALFREDO A. GONZÁLEZ CAMACHO
968-7417-87-0	IDENTIFICACIÓN Y DESCRIPCIÓN DE LOS SISTEMAS SECUNDARIOS PARA EL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES	CÉSAR G. CALDERÓN MÓLGORA
968-7417-84-6	MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS	RAFAEL F. GÓMEZ MENDOZA MANUEL SÁNCHEZ ZARZA
968-7417-89-7	RIESGO Y SEGURIDAD EN EL MUESTREO Y ANÁLISIS DE AGUAS RESIDUALES	ANA LUISA ARCE VELÁZQUEZ ROGELIO LÓPEZ LÓPEZ