

NMX-AA-007-SCFI-2000



ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA- 007-1980)

WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TEMPERATURE IN NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

La temperatura termodinámica, también denominada temperatura absoluta, es una de las magnitudes fundamentales que definen el Sistema Internacional de Unidades (SI) y cuya unidad es el grado kelvin simbolizado como K. Esta unidad se utiliza tanto para expresar valores de temperatura termodinámica como intervalos de temperatura.

Por acuerdo del Comité Internacional de Pesas y Medidas en 1989, la Escala Internacional de Temperatura (ITS-90) se define operacionalmente en términos de técnicas de medición por termometría de presión de vapor, termometría de gas, termometría con resistencia de platino y pirometría óptica.

Es usual expresar la temperatura con base en la escala Celsius (°C), definida con relación a la temperatura termodinámica por:

$$t (\text{°Celsius}) = T (\text{kelvin}) - 273,15 \text{ K}$$

El grado Celsius es una unidad de temperatura de magnitud idéntica al grado kelvin. Sobre la escala Celsius, la temperatura de fusión del agua pura a la presión de 101,325 kPa, es igual a 0 °C y la ebullición del agua, a la misma presión, es igual a 100 °C.

El método de prueba normado establece el procedimiento para realizar la medición en el sitio donde se encuentra el agua, y el resultado se expresa en grados centígrados (°C).



Las temperaturas elevadas en el agua son indicadores de actividad biológica, química y física en el agua, lo anterior tiene influencia en los tratamientos y abastecimientos para el agua, así como en la evaluación limnológica de un cuerpo de agua, por lo que es necesario medir la temperatura como un indicador de la presencia de compuestos y contaminantes en el agua, a través del método de prueba que se establece en la presente Norma Mexicana.

El valor de temperatura es un criterio de calidad del agua para la protección de la vida acuática y para las fuentes de abastecimiento de agua potable, es también un parámetro establecido como límite máximo permitido en las descargas de aguas residuales y una especificación de importancia en los cálculos de balance de energía y de calor de los procesos industriales.

Para la aplicación de la presente norma es indispensable contar con un instrumento de medición certificado o trazado a uno certificado.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de prueba para la determinación de la temperatura, cuando se usan instrumentos de medición directa o instrumentos que indican expansiones o fuerzas proporcionales en los cambios de temperatura, en aguas naturales superficiales o de poca profundidad, en aguas residuales y residuales tratadas, con incertidumbre estimada en $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ en el intervalo comprendido entre 0°C y 80°C ; también es aplicable a la determinación de la temperatura de soluciones en las operaciones generales del laboratorio de análisis de aguas en el intervalo de 0°C a 100°C y para efectuar el control de calibración del material volumétrico. El método no es aplicable a la determinación de la temperatura en aguas profundas ni tampoco a aguas industriales sobrecalentadas o sometidas a altas presiones.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma se deben consultar la siguiente norma oficial mexicana y normas mexicanas o las que las sustituyan:

NOM-011-SCFI-1993	Instrumentos de medición - Termómetros de líquido en vidrio para usos generales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 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.

3 PRINCIPIO

El principio se basa en las propiedades de la materia de dilatarse o contraerse con los cambios de temperatura ó a propiedades eléctricas y físicas de los materiales con los que se realizará la medición; estas propiedades son siempre las mismas para una temperatura dada lo que permite graduar los instrumentos de medición. La temperatura se mide con un instrumento debidamente calibrado y debe efectuarse en el lugar de muestreo.

4 DEFINICIONES

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

4.1 Aguas naturales

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

4.2 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.

4.3 Amplitud de gama

Diferencia algebraica entre los límites de medición.

4.4 Bitácora

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



laboratorio. 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.

4.5 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.

4.6 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.

4.7 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.

4.8 Escala Internacional de Temperatura 1990 (ITS-90)

Es la escala de temperatura adoptada por el Comité Internacional sobre Pesas y Medidas en 1989, que se define operacionalmente en términos de técnicas termométricas aplicables en intervalos definidos de temperatura.



4.9 Grado Celsius

Es la unidad de la escala de temperatura definida por el punto del hielo fundente al que se le atribuye el valor de cero grados (0°C) y el de ebullición del agua al que se le atribuye el valor cien grados (100°C), ambos puntos determinados a la presión de 101,325 kPa.

4.10 Grado Fahrenheit

Es la unidad de la escala de temperatura utilizada comúnmente en Estados Unidos de Norte América. Para esta escala, se atribuye el valor de 32 °F al punto del hielo fundente y el valor de 212 °F al de ebullición del agua, ambos puntos determinados a la presión de 101,325 kPa. La relación entre la temperatura expresada en grado Fahrenheit y en grado Celsius es: $t(\text{Fahrenheit}) = (9/5) t(\text{Celsius}) + 32$

4.11 Grado kelvin

Es la unidad de la escala de temperatura del Sistema Internacional de Unidades cuyo símbolo es K. La escala de temperatura kelvin se define por asignación del valor igual a 273,16 K a la temperatura del punto triple del agua.

4.12 Instrumentos o termómetros que indican expansiones o fuerzas proporcionales en los cambios de temperatura

Las expansiones o fuerzas proporcionales a los cambios de temperatura, dentro de la gama de construcción y calibración del instrumento, son registrados por sistemas amplificadores mecánicos, eléctricos, electrónicos o combinación de ellos, para obtener las lecturas de temperatura.

4.13 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.

4.14 Material de referencia certificado



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

4.15 Medición

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

4.16 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

4.17 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.

4.18 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;
 $t_{\alpha/2}$ se emplea 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.

4.19 Punto del hielo fundente

Punto de temperatura fija, obtenido por el equilibrio entre hielo y agua saturada con aire a la presión de 101,325 kPa y cuyo valor es igual a 0°C o a 273,15 K sobre la Escala Internacional de Temperatura Práctica ITS-90.

4.20 Temperatura

Potencial o grado calorífico referido a un cierto cuerpo.

4.21 Termómetro

Instrumento que usualmente se pone en contacto con la sustancia cuya temperatura desea conocerse hasta que se alcance el equilibrio térmico. Dicho dispositivo, cuando está correctamente calibrado, permite obtener indirectamente el valor de temperatura, midiendo el cambio de alguna propiedad de un constituyente del mismo termómetro que varía monotónicamente con la temperatura.

4.22 Termómetro de inmersión completa

Termómetro de líquido en vidrio, diseñado para indicar valores correctos de temperatura cuando el cuerpo completo del termómetro está sumergido en el líquido que se examina.



4.23 Termómetro de inmersión parcial

Termómetro de líquido en vidrio, diseñado para indicar valores correctos de temperatura cuando el bulbo y una porción definida del vástago están expuestos a la temperatura por medir. El nivel de inmersión que debe coincidir con la superficie libre del cuerpo líquido está indicado por una marca sobre el vástago del termómetro. La porción remanente del vástago se encuentra usualmente expuesta al aire.

4.24 Termómetro de inmersión total

Termómetro de líquido en vidrio, diseñado para indicar valores correctos de temperatura cuando el bulbo y la porción del vástago que contiene el líquido están expuestos a la temperatura por medir. La profundidad de inmersión del termómetro debe ajustarse de forma que el nivel superior del líquido del termómetro coincida con la superficie libre del líquido que se examina.

4.25 Termómetro de vidrio con columna de mercurio

Termómetro que se basa en la dilatación del mercurio líquido para indicar la temperatura. Consta básicamente de un bulbo de vidrio que contiene el mercurio, soldado a un tubo capilar de vidrio de diámetro uniforme, graduado y sellado en su otra extremidad.

4.26 Termómetro de resistencia de platino

Termómetro que se basa en la variación de la resistencia de un sensor, constituido por un hilo de platino, en función de la temperatura.

4.27 Termómetro de termistor

Termómetro que se basa en la medición de la variación de resistencia de un sensor, constituido por un elemento semiconductor, en función de la temperatura. El termistor se utiliza en el intervalo de temperatura en el que la resistencia del elemento semiconductor disminuye monotónicamente cuando la temperatura se incrementa.

4.28 Termómetro de termopar

Termómetro que se basa en el cambio de la diferencia de potencial que se establece en un termoelemento constituido por la soldadura entre dos metales o aleaciones



metálicas diferentes cuando cambia la temperatura de la soldadura. El termopar se constituye por la asociación de dos termoelementos cuyas soldaduras se encuentran a temperaturas distintas.

4.29 Termómetro de vidrio para laboratorio

Instrumento que sirve para medir la temperatura, con el recipiente de expansión de vidrio, es recto y establece contacto directo con el agua a medir y se ha trazado a un termómetro de vidrio para laboratorio certificado.

4.30 Termómetro de vidrio para laboratorio certificado

Instrumento que sirve para medir la temperatura, con el recipiente de expansión de vidrio, es recto y establece contacto directo con el agua a medir, para el cual uno o más valores de sus propiedades están comprobados por un procedimiento técnicamente válido y por lo cual el Organismo de certificación emitió un certificado.

4.31 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.

4.32 Verificación de la calibración

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

5 REACTIVOS Y PATRONES

- Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 mínimo; b) Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C: 5,0 máximo y c) pH: 5,0 a 8,0.
- Hielo picado preparado a partir de agua destilada, mantenido a una temperatura poco menor que 0°C.

6 MATERIALES



- Termómetro o juego de termómetros de mercurio en vidrio, con graduaciones de 0,1°C, en un intervalo de temperatura que abarque por lo menos desde -1°C hasta 101°C, de buena calidad de fabricación que satisfaga o supere las especificaciones de alta exactitud de la NOM-011-SCFI-1993, trazable(s) a la ITS-90, con certificado de calibración vigente y gráfico(s) o tablas para correcciones expedidos por un organismo de calibración reconocido. Cualquiera de los termómetros seleccionados que abarquen el intervalo de temperatura antes señalado debe incluir las marcas de graduaciones necesarias para controlar el punto del hielo fundente.
- Termómetro o juego de termómetros de uso general, de mercurio en vidrio, de preferencia de inmersión parcial, con graduaciones mínimas en 0,1 °C, en un intervalo de temperatura que incluya la de los diferentes tipos de aguas por examinar, de buena calidad de fabricación que satisfaga las especificaciones de alta exactitud de la NOM-011-SCFI-1993, o termómetro con sensor de termistor, de termopar o de resistencia de platino, con precisión de lectura de 0,5 °C en un intervalo de temperatura que incluya la de los diferentes tipos de aguas por examinar, cuya exactitud se haya establecido en el laboratorio, por calibración con el (los) termómetro(s) certificado(s) especificado(s).
- Estuches metálicos de protección para los termómetros de uso en campo.
- Envases de polietileno o de vidrio limpios, de 500 mL de capacidad.
- Vasos térmicos de doble pared tipo Dewar, uno de capacidad aproximada de 1 L, provistos de su respectiva tapa de espuma de poliestireno.

7 EQUIPO

- Baño termostático con control de temperatura ajustable por lo menos entre 10°C y 90°C con variaciones no mayores que $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$, con líquido termostático apropiado y dispositivo de agitación o equipo comercial especial para la calibración de termómetros.
- Refrigerador con compartimento congelador.

8 RECOLECCION, PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 8.1 Para esta determinación no se requiere preparación ni conservación de las muestras.
- 8.2 Para aguas residuales o naturales, el muestreo debe realizarse de acuerdo con lo indicado en las normas mexicanas NMX-AA-003 o NMX-AA-014 (ver



2 Referencias), respectivamente. Las determinaciones de temperatura deben efectuarse de inmediato en el lugar de muestreo.

- 8.3 Cuando sea posible, se efectúa la determinación de temperatura directamente, sin extraer muestra, sumergiendo el termómetro en el cuerpo de agua por examinar. Cuando sea preciso extraer una muestra, se toma un volumen mínimo de 1 L para inmersión parcial en un envase de polietileno o de vidrio limpio y 500 mL para Termopar u otro instrumento, en un envase de polietileno o de vidrio limpio, se determina la temperatura de inmediato.
- 8.4 Si la temperatura del cuerpo de agua o de la descarga es apreciablemente mayor o menor que la del ambiente (diferencia de temperatura superior a 5°C), se recomienda extraer la muestra mediante un recipiente de doble pared, de tipo vaso Dewar, colocar la tapa de espuma de polietileno perforada en su centro para permitir la introducción del termómetro y determinar de inmediato la temperatura. Aún con el uso de este tipo de recipiente, si la temperatura del líquido difiere en más de 20°C de la del ambiente, la incertidumbre sobre la temperatura en el punto muestreado puede rebasar los $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$, debido a pérdidas térmicas en el intervalo de tiempo que separa la toma de la muestra y la lectura de la temperatura.

9 CONTROL DE CALIDAD

- 9.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 9.2 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;
 - 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.

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

10 CALIBRACIÓN

- 10.1 La trazabilidad de los valores de temperatura reportados por quien aplique esta norma, con la Escala Internacional de Temperatura, se obtiene con el empleo de termómetros de uso rutinario, calibrados por comparación de lecturas con termómetros certificados trazables a la ITS-90, y por aplicación de las correcciones, obtenidas de la calibración, a los valores de lecturas de las temperaturas obtenidas en las pruebas.

La exactitud de las mediciones se asegura mediante el control periódico del punto del hielo fundente de los termómetros certificados.

- 10.2 Calibración de los termómetros de uso rutinario

- 10.2.1 Esta calibración se efectúa por comparación de las lecturas del termómetro que se calibra con las de un termómetro certificado cuyo punto del hielo fundente se haya controlado inmediatamente antes, ambos termómetros se sumergen juntos en un mismo baño termostático o en un mismo equipo comercial para calibración de termómetros. La verificación del termómetro se realiza a partir de una temperatura de 10°C, en una serie de puntos espaciados por intervalos de temperatura comprendidos entre 5°C y 10°C.

- 10.2.2 Ajustar la temperatura del baño en unos pocos grados Celsius por debajo de la primera temperatura por verificar. Introducir el(los) termómetro(s) por calibrar en el baño termostático y junto el termómetro certificado¹ de forma que los bulbos se sitúen en el mismo nivel de profundidad.

¹ Si se utilizan dos termómetros certificados, se puede detectar fácilmente heterogeneidades de temperatura del líquido en el que los termómetros están sumergidos.



- 10.2.3 Actuar sobre el ajuste de temperatura del baño termostático de forma que la temperatura se incremente lentamente a velocidad uniforme a medida que se acerque al punto de verificación. En la vecindad inmediata del punto de verificación, la velocidad de incremento de temperatura debe ser menor que una graduación en 5 min.
- 10.2.4 En el punto de verificación, registrar las lecturas de temperatura del (los) termómetro(s) por calibrar y del termómetro certificado. En caso de ser necesario, anotar la altura de columna emergente de los termómetros de inmersión total para calcular las correcciones de lectura correspondientes.
- 10.2.5 Aumentar la velocidad de incremento de temperatura del baño hasta acercarse al punto de verificación siguiente y repetir 10.2.3 y 10.2.4.
- 10.2.6 Repetir 10.2.5 hasta alcanzar la temperatura de 90°C.
- 10.3 Frecuencia de control de calibración de los termómetros
- 10.3.1 En condiciones normales de utilización, los termómetros de referencia calibrados con trazabilidad a la ITS-90 y certificados por laboratorios metrológicos no requieren de certificación periódica posterior, sólo se requiere controlar la estabilidad del volumen del bulbo; ello se efectúa por control del punto del hielo fundente que se describe en el Apéndice 1 de esta misma norma. Este control lo debe efectuar un laboratorio externo certificado para dicha prueba, por lo menos anualmente. Debe conservarse el historial de control externo de los termómetros certificados durante la vida útil de los mismos.
- 10.3.2 Con periodicidad mínima semestral, el laboratorio debe efectuar un control interno del punto del hielo fundente de sus termómetros certificados. Si se detectan diferencias con la calibración externa anterior que alcance una graduación de la escala, el laboratorio debe enviar el termómetro a un laboratorio de calibración externa, certificado para esta prueba, para que se verifique el punto del hielo fundente. Debe conservarse el historial de control interno de los termómetros certificados durante la vida útil de los mismos.
- 10.3.3 Tomando en cuenta las características de calidad de los termómetros de uso rutinario y las condiciones y frecuencia de uso, el laboratorio debe establecer la periodicidad de verificación interna de la calibración de dichos termómetros, la que debe ser por lo menos semestral, por comparación de las lecturas con sus termómetros certificados de acuerdo con el procedimiento descrito en el Apéndice A. El laboratorio debe conservar el historial de este control interno durante la vida útil de los termómetros.



- 10.3.4 Los termómetros con sensor de termistor, de termopares o de resistencia deben calibrarse y utilizarse de acuerdo con las recomendaciones de sus fabricantes. El laboratorio debe establecer la frecuencia de control de calibración como lo señalado en el inciso 10.3.3.

11 PROCEDIMIENTO

Siempre que sea posible se debe realizar la medición directamente en el cuerpo de agua, se debe tomar en un volumen suficiente de muestra tal que el instrumento quede debidamente inmerso, esperar el tiempo suficiente para obtener mediciones constantes². Enjuagar con agua destilada el instrumento de medición.

Las lecturas se obtienen directamente de la escala del aparato medidor de temperatura, y se informan en grados Centígrados (°C), con aproximación a la décima de grado (0,1°C).

En el caso de aguas residuales, todas las lecturas deben hacerse en las descargas. En caso de que no sea posible, ésta puede determinarse en un punto accesible del conducto más próximo a la descarga.

En el caso de tuberías curvadas, se recomienda la inserción del vástago del termómetro en posición a lo largo del eje del tubo y de frente a la corriente aguas arriba. En tuberías de pequeño diámetro, esta posición es obligatoria.

En aquellos casos en que el fluido no se encuentre bien mezclado, debe usarse un dispositivo que produzca turbulencia aguas arriba del punto de medición.

- 11.1 Determinación de la temperatura en aguas superficiales o poco profundas cuando se requiere tomar muestra
- 11.1.1 Introducir el recipiente para muestreo, moverlo de manera circular durante 1 min para que se equilibre su temperatura con la del agua y retirar el recipiente con la muestra.
- 11.1.2 Sumergir el termómetro de mercurio para uso rutinario, en posición centrada en el recipiente, hasta la marca de inmersión parcial o hasta una graduación apropiada si el termómetro es de inmersión total. Imprimir ligeros movimientos circulares por lo menos durante 1 min hasta que la lectura del termómetro se estabilice. Si la temperatura de la muestra difiere en más de ± 5 °C de la del ambiente, repetir el muestreo a partir de 11.1.1 utilizando el vaso de doble pared. Si el termómetro es de sensor, éste debe

² Considerar las características del instrumento, existen en el mercado los de inmersión parcial o total. El vástago debe estar separado al menos 2 cm. de las paredes del recipiente.



sumergirse en el volumen mínimo de muestra y a la profundidad que recomienda el fabricante y las lecturas deben efectuarse después del tiempo de equilibrio recomendado en el manual del usuario.

11.1.3 Registrar la lectura y la altura de la columna emergente si el termómetro utilizado es de inmersión total.

10.1.4 Realizar por triplicado las operaciones 11.1.1 a 11.1.3.

11.2 Determinación de la temperatura en aguas residuales cuando se requiere tomar muestra:

11.2.1 La temperatura debe determinarse en el punto de la descarga o en un punto accesible del conducto más próximo al de la descarga. El recipiente para toma de muestra debe dejarse en contacto con el fluido durante un tiempo suficiente para que equilibre su temperatura con la del fluido y se procede como se indica en el inciso 11.1.2.

12 CÁLCULOS

12.1 Las lecturas de temperatura obtenidas con el termómetro de uso rutinario deben corregirse por los valores de error obtenidos de la calibración y, si el termómetro es de mercurio para inmersión total, deben efectuarse además las correcciones por efecto de columna emergente si la magnitud de la corrección calculada rebasa media graduación del termómetro, de acuerdo con lo indicado en el inciso 14.1.8.

12.2 Calcular el promedio de las tres lecturas después de efectuadas las correcciones pertinentes.

12.3 Los resultados obtenidos se expresan en grados Celsius (°C), por redondeo del valor promedio obtenido en 11,2, con aproximación al décimo de grado Celsius.

13 INFORME DE LA PRUEBA

En el informe de la prueba se debe incluir los siguientes datos:

- Identificación completa de la muestra;
- Referencia de este método;
- La lectura de temperatura obtenida, en °C, ambiental y de la muestra;
- Fecha del análisis, y
- Nombre y apellidos del responsable del análisis.



14 INTERFERENCIAS

14.1 Precauciones y recomendaciones relativas al uso de los termómetros de líquido en vidrio.

14.1.1 Error de paralaje: El error de paralaje puede eliminarse si se tiene cuidado que la escala graduada del termómetro pueda observarse por reflexión sobre la columna de mercurio dentro del capilar. Para ello, el observador ajusta el nivel de su ojo sobre una línea de lectura, de forma que la graduación más cercana del menisco se superponga exactamente a su propia imagen reflejada por el Mercurio. Si se desea efectuar lecturas muy precisas, también debe tomarse en cuenta que las líneas de la escala graduada tienen un cierto espesor y lo más apropiado es considerar la posición de las líneas definidas por su parte central. El uso de lupas especiales para termómetros disponibles comercialmente, puede facilitar la lectura de la temperatura sobre la escala graduada.

14.1.2 Durante el transporte de los termómetros, puede ocurrir una ruptura de la columna del líquido en el capilar o aún el paso del gas de relleno hacia el bulbo. Este tipo de problema debe detectarse y eliminarse antes de utilizar el termómetro. Para ello se verifica por inspección visual que no existen burbujas de gas encerradas en el bulbo y que no se detectan rupturas de la columna de líquido en el vástago del termómetro o gotas del líquido adheridas en la parte superior del capilar. Verificar también que el bulbo se encuentra en perfecto estado. Si se detecta alguno de los problemas antes mencionados, frecuentemente se puede remediar siguiendo las indicaciones que se dan en el Apéndice B.

14.1.3 Cuando no se utilizan, los termómetros se conservan en un estuche apropiado en posición vertical y en lugares no sometidos a vibraciones o sacudidas como en los cajones que se abren y cierran con frecuencia.

14.1.4 Con los termómetros de precisión, se observan a menudo cambios lentos y permanentes de las propiedades del vidrio que se traducen en cambios del volumen del bulbo. Por este motivo, es necesario controlar periódicamente el punto del hielo fundente. Este control también debe efectuarse cuando se recibe un termómetro nuevo de fábrica. Este punto debe corresponder exactamente a 0 °C de la escala del termómetro. Cualquier variación de este punto, observada posteriormente a la obtención del certificado de calibración, debe sumarse algebraicamente a las demás correcciones estipuladas en el certificado. Las pequeñas variaciones del punto del hielo fundente de un termómetro certificado no requieren que se efectúe nuevamente la calibración completa del termómetro.



- 14.1.5 Cuando un termómetro se ha sometido a calentamiento extremo se requiere dejar el termómetro durante 72 h a la temperatura ambiente antes de realizar una verificación del punto del hielo fundente.

Un sobrecalentamiento del termómetro a una temperatura que rebase el límite superior de las graduaciones puede provocar un cambio permanente de la capacidad del bulbo que se detecta por verificación del punto del hielo fundente.

- 14.1.6 Existe a menudo cierta adherencia del mercurio sobre el vidrio que puede falsear la lectura de temperatura cuando el equilibrio se alcanza con una "columna descendente". Este problema es más notorio cuando el diámetro del capilar es menor que 0,1 mm. Para evitar este problema, antes de efectuar la lectura, se recomienda dar un golpe ligero con la uña del dedo sobre el vástago del termómetro, cerca de la posición de lectura. Otra forma de evitar este problema consiste en alcanzar el equilibrio de temperatura con un termómetro colocado a una temperatura inicial inferior a la del cuerpo por medir (columna ascendente).
- 14.1.7 Si se observa adherencia de mercurio dentro del capilar, que forme una capa o que queden gotitas de mercurio que no puedan eliminarse por el procedimiento indicado en el inciso anterior, ello es indicativo de una oxidación del mercurio y el termómetro debe descartarse.
- 14.1.8 A menudo, el termómetro de inmersión total debe utilizarse con inmersión parcial del vástago. En este caso, es preciso efectuar una corrección de lectura, adicional a las existentes por error de calibración, por aplicación de la siguiente fórmula aproximada:

$$T(\text{Corregida}) = T_0 + k n (T_0 - t)$$

donde:

- k es el coeficiente de expansión diferencial del mercurio en vidrio. Para termómetros de vidrio normal, graduados en grados Celsius y lecturas de temperatura hasta 100 °C, se tiene $k = 0,00016 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$;
- N es el número de grados Celsius que abarca la columna de mercurio emergente, medido como diferencia entre la temperatura T_0 y la graduación de la escala del termómetro que coincide con la superficie del líquido;
- T_0 es la temperatura observada, leída con el termómetro, y
- t es la temperatura promedio de la columna emergente (tomada con un termómetro auxiliar a la mitad de la altura de la columna emergente).



Esta corrección es generalmente despreciable cuando la temperatura del cuerpo por medir se sitúa en la cercanía de la temperatura ambiente. Sin embargo, no es despreciable cuando la temperatura medida difiere apreciablemente de la del ambiente³. Debe subrayarse que la corrección por columna emergente sólo es aproximada por lo que para diferencias de temperatura ($T_o - t$) grandes, pueden cometerse errores considerables y es preferible utilizar un termómetro de inmersión parcial.

- 14.1.9 Cuando se utiliza un termómetro de mercurio a presiones que difieren apreciablemente de las que prevalecen en la calibración, pueden observarse errores relacionados con el cambio de volumen del bulbo. Un incremento de la presión externa ejercida sobre el bulbo da lecturas más altas que las esperadas y una menor presión conduce a lecturas más bajas. Para un cambio de presión en 101,325 kPa con respecto a la presión en el momento de la calibración, el error puede alcanzar 0,1°C.
- 14.1.10 Cuando se efectúan lecturas de temperatura en medios transparentes bajo iluminación obtenida con un foco de tungsteno, el calor irradiado puede causar errores en el valor de la temperatura medida y también puede invalidar cualquier corrección de lectura de temperatura por efecto de columna emergente.
- 14.1.11 Las lecturas de temperatura deben efectuarse después de que el termómetro esté en equilibrio de temperatura con el medio. En general, se puede considerar que con termómetros de mercurio en vidrio, un tiempo de 1-2 min después de sumergir el termómetro es generalmente suficiente para efectuar lecturas en condiciones de equilibrio de temperatura.
- 14.2 Precauciones y recomendaciones relativas al uso de los termómetros de sensor térmico.
 - 14.2.1 Los sensores de temperatura como termistores, termopares o resistencias tienen generalmente una capacidad térmica menor que la de los termómetros de mercurio y un tiempo de respuesta generalmente rápido y no presentan problemas de histéresis. Debe consultarse el manual de operación del fabricante del instrumento utilizado para observar las recomendaciones y cuidados necesarios para efectuar mediciones confiables y exactas.

³ Para un termómetro de inmersión total, sumergido sólo hasta la marca de 0 °C, con una lectura sin corregir de 20°C y una temperatura promedio de columna emergente $t = 15$ °C, esta corrección es de $0,000\ 16 \times 20 \times 5$ °C = 0,016 °C y es despreciable. Sin embargo, en las mismas condiciones, si la lectura es de 55 °C, y la temperatura promedio de la columna emergente es de 20 °C, la corrección es: $0,000\ 16 \times 55 \times 35$ °C = 0,31 °C y no es despreciable.



15 SEGURIDAD

- 15.1 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 materiales especificados en esta norma.
- 15.2 Los termómetros de mercurio en vidrio son frágiles. En caso de ruptura, deben tomarse las medidas oportunas para evitar la contaminación del ambiente con el mercurio que pudiera derramarse.
- 15.3 Cuando se trate de aguas residuales se debe usar el equipo de protección adecuado: ropa de algodón, guantes de acrilonitrilo, lentes de seguridad, mascarillas y zapatos de seguridad.
- 15.4 Cuando se emplea termómetro, siempre debe de usarse y almacenarse en forma vertical para evitar la disgregación del líquido de llenado.

16 MANEJO DE RESIDUOS

En la prueba realizada en campo, después de efectuar la determinación, la muestra que se haya tomado se regresa al cuerpo de agua muestreado.

17 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-001-ECOL-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
- NOM-008-SCFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993



NMX-AA-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-093-SCFI-2000 Análisis de agua - Determinación de la conductividad
eléctrica

NMX-AA-115-SCFI-2000 Análisis de agua.- Criterios generales para el control de la
calidad de resultados analíticos.

NMX-AA-116-SCFI-2000 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación
de métodos alternos.

ASTM Designation E 1, "Specification for ASTM Thermometers", American Society for
Testing and Materials, Part 14.03, 1995.

ASTM Designation E-77, "Standard Test Methods for Inspection and Verification of
Liquid-in-Glass Thermometers", American Society for Testing and Materials", Part.
14.03, 1995.

ASTM Designation E 344 , "Terminology Relating to Thermometry and Hygrometry".
American Society for Testing and Materials.

ASTM Designation E 563, "Standard Practice for Preparation and Use of Freezing
Point Reference Bath". American Society for Testing and Materials.

Method 2550 Temperature - en "Standard Methods for the Examination of Water and
Wastewater", American Public Health Association, Washington, DC 20005, 19th
Edition., 1995.

Método 170.1 , Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, EPA-600/4-79-
020 Revised 1983.15.9 Acuerdo por el que se Establecen los Criterios Ecológicos de
Calidad del Agua CE-CCA-001/89, Diario Oficial de la Federación, 13 de diciembre de
1989.

M.L. McGlashan, Physico-Chemical Quantities and Units, Royal Institute of Chemistry,
2nd Ed. 1971.

R.N. Goldberg, R.D. Weir, "Conversions of Temperatures and Thermodynamic
Properties to the Basis of the International Temperature Scales of 1990", Pure & Appl.
Chem., 64 (1992) 1545.



18 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

APÉNDICE INFORMATIVO A

Preparación de un baño de hielo fundente

A.1 Preparación de un baño para punto de hielo fundente

Un baño de hielo fundente constituido por una mezcla de hielo y de agua, correctamente preparado, proporciona un punto fijo de temperatura igual a 0°C.

Para constituirlo se requiere preparar cubos o trozos de hielo, con agua destilada, en charolas limpias de plástico o de aluminio. Los cubos de hielo, manipulados con pinzas, se enjuagan con agua destilada y se introducen en el vaso limpio de una licuadora de laboratorio. Se pica rápidamente el hielo. Si el hielo picado se encuentra todavía a una temperatura mucho por debajo de 0°C, antes de utilizarse debe dejarse a la temperatura ambiente hasta que su temperatura se acerque a 0°C.

El hielo picado se introduce en un vaso Dewar de boca ancha y de 1 L de capacidad, provisto de una tapa de espuma de polietileno (poliestireno) (unicel), hasta que quede casi lleno. Se añade agua destilada enfriada a una temperatura cercana a 0°C sólo para rellenar los intersticios entre los pedazos de hielo y obtener una consistencia de aguanieve. Debe evitarse el contacto entre las manos y el hielo para no introducir impurezas en el agua que pudieran modificar la temperatura de equilibrio del baño.

Se coloca la tapa de espuma de polietileno(poliestireno) y se deja reposar por lo menos 20 min hasta que se establezca el equilibrio de temperatura.

Debe tenerse cuidado que el hielo siempre debe ocupar la totalidad del espacio en el vaso y no debe permitirse que se acumule sólo agua en el fondo del mismo. Para evitar esto, en el momento oportuno, se drena el exceso de agua y se sustituye por hielo picado.

A.2 Control del punto de hielo fundente del termómetro

Introducir el termómetro cuyo punto de hielo se desea controlar, centrándolo en el vaso Dewar, hasta una profundidad en el hielo que sólo deje observar una graduación por debajo de 0 °C. De ser necesario, empaçar el hielo alrededor del vástago del termómetro.



Esperar por lo menos tres min, dar un golpecito con la uña del dedo sobre el vástago del termómetro y registrar la lectura. A continuación se toman lecturas durante 15-20 min espaciadas por intervalos de tiempo de 1 min. Las lecturas deben coincidir con una variabilidad que no rebase un décimo de división.

APÉNDICE INFORMATIVO B

Procedimiento para eliminar burbujas

B.1 Procedimiento para eliminar burbujas del bulbo o para unir la columna del líquido seccionada en el capilar de un termómetro de líquido en vidrio

B.1.1 Cuando se observa la existencia de burbujas en el bulbo o la ruptura de la columna de líquido en el capilar, a menudo pueden eliminarse estos problemas mediante enfriamiento suficiente del bulbo hasta que la totalidad del líquido se encuentre reunida en él. Efectuar esta operación observando las siguientes precauciones:

Preparar una mezcla refrigerante en un vaso Dewar de vidrio, de boca ancha, de capacidad que no requiere ser mayor que 350 mL, colocando 250 mL de acetona grado técnico e introduciendo cuidadosamente trozos de hielo seco hasta que disminuya suficientemente la temperatura de la acetona. Manteniendo el termómetro en posición vertical, introducir parcialmente el bulbo en la mezcla refrigerante y evitar el enfriamiento del vástago para que no existan riegos de solidificación del líquido contenido en el capilar. Si el termómetro contiene mercurio, evitar que se solidifique en el bulbo. Durante el enfriamiento, dar pequeños golpes con la uña del dedo sobre el vástago para facilitar el desalojo de la burbuja. Dejar finalmente que el termómetro alcance nuevamente la temperatura ambiente manteniéndolo en posición vertical. Verificar que el tratamiento da un resultado satisfactorio.

B.1.2 Si sólo se presenta una ruptura de la columna de líquido en el capilar, pueden aplicarse varios tratamientos.

B.1.2.1 Si la ruptura se sitúa cerca del límite superior de la columna de líquido y si el capilar del termómetro tiene una pequeña cámara de expansión arriba del límite superior de la escala graduada, el líquido puede unirse por calentamiento progresivo y cuidadoso del bulbo sumergido en un baño de aceite apropiado, hasta que la burbuja de gas alcance dicha cámara. Para facilitar la unión de las porciones de líquido, se pueden dar golpecitos con la uña del dedo sobre el vástago del termómetro. Cuando las porciones de líquido se reúnen, se retira el bulbo del baño de aceite y se deja enfriar lentamente el termómetro manteniéndolo en posición vertical. Se verifica que el tratamiento da el resultado esperado. Puesto que en este tratamiento, el calentamiento



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL
DGN

del bulbo rebasa la temperatura del límite superior de la escala de lectura del termómetro, es preciso dejar éste en reposo a la temperatura ambiente por lo menos durante 72 h y posteriormente se verifica la posición del punto del hielo fundente. (Este método no debe aplicarse a termómetros que indican temperaturas superiores a 250°C debido a la alta presión del gas que se genera en el capilar que puede romper el bulbo o provocar su deformación permanente).

B.1.2.2 Los termómetros que tienen una cámara de contracción situada entre el bulbo y el inicio de la escala graduada pueden presentar separación bien sea en la cámara o en la porción de capilar situada inmediatamente arriba de la cámara. A menudo es posible eliminar la separación reuniendo el mercurio en la cámara de contracción por enfriamiento del bulbo.

MÉXICO D.F., A

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS.

CARMEN QUINTANILLA MADERO.

JADS/AFO/DLR/MRG.

NMX-AA-007-SCFI-2000

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA
EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES
TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-
007-1980)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TEMPERATURE IN
NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED -
TEST METHOD**



P R E F A C I O

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CASA ROCAS, S.A.
- CENTRO DE SERVICIOS QUIMICOS DE AGUASCALIENTES
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGIA
- COMISION ESTATAL DE AGUA Y SANEAMIENTO
- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD
- COMISION NACIONAL DEL AGUA.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- CORPORACION MEXICANA DE INVESTIGACION EN MATERIALES
- FISHER SCIENTIFIC MEXICANA S.A. DE C.V.
- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL.
Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica;
Dirección General de Normatividad y Apoyo Técnico.
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.



- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
- INSTITUTO TECNOLOGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
Campo Monterrey.
- LABORATORIO DE ECOLOGIA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE PEMEX PERFORACION Y MANTENIMIENTO DE
POZOS
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE
C.V
- MERCK- MÉXICO, S.A.
- NOVAMANN, S.A. DE C.V.
Laboratorio Control Químico.
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.
- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.
- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.



- SECRETARÍA DE SALUD
- SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE, RECURSOS NATURALES Y PESCA
Instituto Nacional de Ecología;
Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.
- SERVICIOS AMBIENTALES MULTIPLES E INGENIERIA, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL
- SISTEMA INTERMUNICIPAL DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
Unidad Azcapotzalco.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química;
Instituto de Geofísica;
Instituto de Ingeniería.
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO
- VARIAN, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	2
2	Referencias	2
3	Principio	3
4	Definiciones	3



5	Reactivos y patrones	10
6	Materiales	10
7	Equipo	11
8	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	11
9	Control de calidad	12
10	Calibración	12
11	Procedimiento	14
12	Cálculos	16
13	Informe de la prueba	16
14	Interferencias	16
15	Seguridad	20
16	Manejo de residuos	20
17	Bibliografía	20
18	Concordancia con normas internacionales	22
	Apéndice informativo A	22
	Apéndice informativo B	23