CDU: 631.879
CANCELA A LA
NMX-AA-030-1981

NMX-AA-030-SCFI-2001

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-030-1981)

WATER ANALISIS - DETERMINATION FOR CHEMICAL OXYGEN DEMAND IN NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Se entiende por demanda química de oxígeno (DQO), la cantidad de materia orgánica e inorgánica en un cuerpo de agua susceptible de ser oxidada por un oxidante fuerte.

El método que involucra el uso de dicromato es preferible sobre procedimientos que utilizan otros oxidantes debido a su mayor potencial redox y su aplicabilidad a una gran variedad de muestras.

Se describen dos métodos para la determinación de DQO con dicromato. El método a reflujo abierto es conveniente para aguas residuales en donde se requiera utilizar grandes cantidades de muestra. El método a reflujo cerrado es más económico en cuanto al uso de reactivos, pero requiere una mayor homogeneización de las muestras que contienen sólidos suspendidos para obtener resultados reproducibles.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana especifica dos métodos para la determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

Una gran cantidad de compuestos orgánicos e inorgánicos son oxidados con una mezcla de ácido crómico y sulfúrico a ebullición. La muestra se coloca a reflujo en una disolución de ácido fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$). Después de la digestión, el dicromato no reducido se mide por titulación o espectrofotométricamente para determinar la cantidad de dicromato consumido y calcular la materia oxidable en términos de oxígeno equivalente.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Aguas naturales

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

3.2 Aguas residuales

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

3.3 Bitácora

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

3.4 Blanco analítico o de reactivos

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

3.5 Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de

medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

3.6 Descarga

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

3.7 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 siguiente fórmula:

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

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

3.8 Disolución estándar

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

3.9 Disolución madre

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

3.10 Material de referencia

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

3.11 Material de referencia certificado

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

3.12 Medición

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

3.13 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

3.14 Muestra compuesta

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

3.15 Muestra simple

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

3.16 Parámetro

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

3.17 Patrón (de medición)

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

3.18 Patrón de referencia

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

3.19 Patrón de trabajo

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

3.20 Patrón nacional (de medición)

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

3.21 Patrón primario

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

3.22 Patrón secundario

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

3.23 Precisión

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

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

donde:

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

3.24 Trazabilidad

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

3.25 Verificación de la calibración

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

4 REACTIVOS Y PATRONES

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

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

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

4.1 Método reflujo cerrado / método espectrofotométrico

4.1.1 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

4.1.2 Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$)

4.1.3 Sulfato mercúrico ($HgSO_4$)

4.1.4 Sulfato de plata (Ag_2SO_4)

4.1.5 Biftalato de potasio patrón primario ($HOOCC_6H_4COOK$)

4.1.6 Disolución estándar de biftalato de potasio (1 mL = 1 mg de DQO). Deshacer los grumos y secar el biftalato de potasio (ver inciso 4.1.5) a 120ºC. Pesar aproximadamente y con precisión 0,851 g de biftalato de potasio, disolver en agua y aforar a 1 L. Es estable hasta por 3 meses cuando se mantiene en refrigeración y si no se observa crecimiento biológico.

4.1.7 Disolución de sulfato de plata en ácido sulfúrico. Pesar aproximadamente y con precisión 15 g de sulfato de plata (ver inciso 4.1.4) y disolver en 1 L de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.1.1). El sulfato de plata requiere un tiempo aproximado de dos días para su completa disolución. La disolución formada debe mantenerse en la obscuridad para evitar su descomposición.

4.1.8 Disolución de digestión A (alta concentración). Pesar aproximadamente y con precisión 10,216 g de dicromato de potasio (ver inciso 4.1.2), previamente secado a 103ºC por 2 h, y añadirlos a 500 mL de agua,

adicionar 167 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.1.1) y aproximadamente 33,3 g de sulfato mercúrico (ver inciso 4.1.3). Disolver y enfriar a temperatura ambiente. Aforar a 1 L con agua.

4.1.9 Disolución de digestión B (baja concentración). Pesar aproximadamente y con precisión 1,021 6 g de dicromato de potasio (ver inciso 4.1.2), previamente secado a 103°C por 2 h, y añadirlos a 500 mL de agua. Adicionar 167 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.1.1) y 33,3 g de sulfato mercúrico (ver inciso 4.1.3). Disolver y enfriar a temperatura ambiente. Aforar a 1 L con agua.

4.2 Método reflujo abierto / método de titulación

4.2.1 Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$)

4.2.2 Sulfato ferroso amoniacal hexahidratado ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \bullet 6H_2O$)

4.2.3 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

4.2.4 Sulfato de plata (Ag_2SO_4)

4.2.5 1,10 fenantrolina ($C_{12}H_8N_2$)

4.2.6 Sulfato mercúrico ($HgSO_4$)

4.2.7 Biftalato de potasio patrón primario ($HOOCC_6H_4COOK$)

4.2.8 Sulfato ferroso heptahidratado ($FeSO_4 \bullet 7\ H_2O$)

4.2.9 Disolución estándar de dicromato de potasio (para concentraciones altas), (0,041 7 M). Pesar aproximadamente y con precisión 12,259 g de dicromato de potasio (ver inciso 4.2.1) previamente secado durante 2 h a 105°C ± 1°C, disolver y aforar a 1 L con agua y homogeneizar.

4.2.10 Disolución estándar de dicromato de potasio (para concentraciones bajas), (0,004 17 M). Pesar aproximadamente y con precisión 12,259 g de dicromato de potasio (ver inciso 4.2.1) previamente secado durante 2 h a 105°C ± 1°C, disolver y aforar a 1L con agua y homogeneizar.

4.2.11 Disolución de sulfato ferroso amoniacal (0,25 M); disolver en aproximadamente 800 mL de agua aproximadamente 98,0 g de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado (ver inciso 4.2.2), agregar cuidadosamente 20 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.2.3), enfriar, llevar a 1 L con agua y homogeneizar.

4.2.12 Normalización de la disolución de sulfato ferroso amoniacal (0,25 M) (ver

inciso 4.2.11). Tomar una alícuota de 10 mL de la disolución estándar de dicromato de potasio 0,041 7 M (ver inciso 4.2.9). Diluir con agua hasta 100 mL, agregar cuidadosamente 30 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.2.3) y homogeneizar, enfriar y valorar con la disolución de sulfato ferroso amoniacal 0,25 M (ver inciso 4.2.11), utilizando 3 gotas de 1,10-fenantrolina (ver inciso 4.2.15) como indicador, hasta el cambio de color de azul verdoso a café rojizo. Esta disolución debe normalizarse cada vez que se utilice.

4.2.13 Disolución de sulfato ferroso amoniacal (0,025 M). Diluir 100 mL de la disolución de sulfato ferroso amoniacal 0,25 M (ver inciso 4.2.11) a 1 L. Valorar con la disolución de dicromato de potasio 0,004 17 M (ver inciso 4.2.10).

4.2.14 Disolución de ácido sulfúrico-sulfato de plata. Disolver cristales o polvo de sulfato de plata (ver inciso 4.2.4), en ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.2.3) en una relación 5,5 g Ag_2SO_4 /Kg H_2SO_4. Se requieren de 1 a 2 días para que se disuelva completamente el sulfato de plata.

4.2.15 Disolución indicadora de 1,10-fenantrolina. Pesar aproximadamente y con precisión 1,485 g de 1,10-fenantrolina (ver inciso 4.2.5) y aproximadamente 0,695 g de sulfato ferroso heptahidratado (ver inciso 4.2.8), diluir y aforar a 100 mL con agua y homogeneizar.

4.2.16 Disolución estándar de biftalato de potasio (500 mg O_2/mL). Pesar aproximadamente y con precisión 0,425 g de biftalato de potasio patrón primario (ver inciso 4.2.7) previamente secado a 120°C durante 2 h, disolver y aforar a 1 L con agua. El biftalato tiene una DQO teórica de 1,176 mg O_2/mg de Biftalato, por lo que la DQO teórica de esta disolución es de 500 mg O_2/mL. Esta disolución es estable hasta por 3 meses si se mantiene en refrigeración y en ausencia de crecimiento biológico visible.

5 EQUIPO Y MATERIALES

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

5.1 Método de reflujo cerrado / método espectofotométrico

5.1.1 Equipo

5.1.1.1 Placa de calentamiento con horadaciones para los tubos de reacción de DQO que alcance una temperatura de 150°C ± 2°C.

5.1.1.2 Espectrofotómetro. Disponible para utilizarse de 190 mm a 900 nm y equipado con celdas de 1 cm de paso óptico de luz o tubos de 16 mm x 100 mm de calidad espectro.

5.1.2 Material

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

5.1.2.1 Tubos para digestión, 16 mm x 100 mm con tapa con cubierta interior de TPF.

5.1.2.2 Barras magnéticas cubiertas de TPF.

5.2 Método de reflujo abierto / método de titulación

5.2.1 Equipo

5.2.1.1 Equipo de destilación con parrilla de calentamiento que asegure la ebullición del contenido del matraz de reflujo y condensadores tipo Friedrich, con mangueras.

5.2.2 Material

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

5.2.2.1 Bureta

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

6.1 La muestra se debe analizar inmediatamente después de su toma, en caso contrario debe conservarse en refrigeración a 4°C, además de la adición de ácido sulfúrico hasta pH < 2.

6.2 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

7 CONTROL DE CALIDAD

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

7.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutan los análisis y el encargado de control de calidad que verifica los análisis, y
- Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:

  a) Identificación de la muestra;
  b) Fecha del análisis;
  c) Procedimiento cronológico utilizado;
  d) Cantidad de muestra utilizada;
  e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
  f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
  g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados, y
  h) Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

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

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

8 CALIBRACIÓN

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

8.1 Material volumétrico

8.2 Balanza analítica

8.3 Bureta

8.4 Calibrar el espectrofotómetro de acuerdo a las especificaciones del fabricante.

8.5 Curva de calibración: Preparar por lo menos cinco disoluciones de biftalato

de potasio con DQO equivalentes de 20 mg O_2/L a 900 mg O_2/L, ajustar el volumen con agua destilada. Utilizar los mismos volúmenes de reactivo y procedimiento de digestión que para las muestras.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Método a reflujo cerrado/ método espectrofotométrico

9.1.1 Precalentar a 150°C el digestor de DQO

9.1.2 Colocar en los tubos de reacción 1,5 mL de la disolución de digestión A o B (ver incisos 4.1.8 y 4.1.9)

9.1.3 Tomar cuidadosamente 2,5 mL de muestra previamente homogeneizada dentro de los tubos de reacción. Cerrar inmediatamente para evitar que se escapen los vapores, asegurarse de que están herméticamente cerrados. Suavemente invertir los tubos varias veces destapando después de cada inversión para liberar la presión.

NOTA.- La disolución es fuertemente ácida y el tubo se calienta en este proceso, trabajar con guantes aislantes.

9.1.4 Añadir cuidadosamente 3,5 mL de la disolución de digestión respectiva.

9.1.5 Colocar 2,5 mL de agua en un tubo para la determinación del blanco de reactivos.

9.1.6 Colocar todos los tubos en el digestor previamente calentado a 150ºC y reflujar por 2 h.

9.1.7 Retirar los tubos del digestor y dejar que los tubos se enfríen a temperatura ambiente, permitiendo que cualquier precipitado se sedimente.

9.1.8 Medir la absorbancia en el espectrofotómetro, previamente calibrado o cuantificar por titulación.

9.1.9 Para aguas que contengan una DQO baja (5 mg/L a 75 mg/L), utilizar la disolución de digestión B (ver inciso 4.1.9). Si el valor de la DQO determinado es más alto que 75 mg/L después de usar estos reactivos, reanalizar la muestra, utilizando la disolución A (ver inciso 4.1.8).

9.2 Método de reflujo abierto / método de titulación

9.2.1 Para niveles mayores de 50 mg/L de demanda química de oxígeno:

9.2.1.1 Transferir una muestra de 50 mL (o dilución) al matraz Erlenmeyer de 500 mL. Agregar una cantidad adecuada de sulfato mercúrico (ver inciso 4.2.6) (aproximadamente 1 g, la relación de sulfato mercúrico/cloruros debe ser 10 a 1) y algunas perlas de vidrio. Adicionar una alícuota de 25,0 mL de la disolución estándar de dicromato de potasio 0,041 7 M (ver inciso 4.2.9) y mezclar mediante un movimiento circular. Se pueden utilizar cantidades menores de muestra conservando la proporción de los reactivos.

9.2.1.2 Conectar el matraz erlenmeyer al condensador tipo Friedrich y hacer circular el agua de enfriamiento.

9.2.1.3 Por el extremo superior del condensador agregar lentamente 75 mL de la disolución de ácido sulfúrico-sulfato de plata (ver inciso 4.2.14) y agitar con movimiento circular para homogeneizar.

9.2.1.4 Calentar el matraz que contiene la mezcla y mantener a reflujo durante 2 h a partir del momento en que empieza la ebullición. Dejar enfriar y lavar el condensador con 25 mL de agua.

9.2.1.5 Añadir agua por el extremo superior del condensador hasta completar un volumen aproximado de 300 mL, retirar el matraz del condensador y enfriar a temperatura ambiente.

9.2.1.6 Agregar 3 gotas de disolución Indicadora de 1,10 fenantrolina (ver inciso 4.2.15) como indicador y titular con la disolución de sulfato ferroso amoniacal 0,25 M (ver inciso 4.2.11). Tomar como punto final el primer cambio de color de azul verdoso a café rojizo.

9.2.1.7 Llevar simultáneamente un testigo preparado con agua y todos los reactivos que se utilizan en el procedimiento.

9.2.2 Para niveles menores de 5 mg/L de demanda química de oxígeno:

9.2.2.1 Transferir una muestra de 50 mL al matraz Erlenmeyer de 500 mL. Agregar una cantidad adecuada de sulfato mercúrico (ver inciso 4.2.6) (aproximadamente 1 g) y algunas perlas de vidrio. Añadir 25,0 mL de la disolución estándar de dicromato de potasio 0,004 17 M (ver inciso 4.2.10) y mezclar mediante un movimiento circular.

9.2.2.2 Conectar el matraz Erlenmeyer al condensador tipo Friedrich y hacer circular el agua de enfriamiento.

9.2.2.3 Por el extremo superior del condensador agregar lentamente 75 mL de la disolución de ácido sulfúrico-sulfato de plata (ver inciso 4.2.14) y agitar con movimiento circular para homogenizar.

9.2.2.4 Calentar el matraz que contiene la mezcla y mantener a reflujo durante dos horas a partir del momento en que empieza la ebullición. Dejar enfriar y lavar

el condensador con 25 mL de agua.

9.2.2.5 Añadir agua por el extremo superior del condensador hasta completar un volumen aproximado de 300 mL, retirar el matraz del condensador y enfriar a la temperatura ambiente.

9.2.2.6 Agregar 3 gotas de disolución indicadora de 1,10-fenantrolina (ver inciso 4.2.15) como indicador y titular con la disolución de sulfato ferroso amoniacal 0,025 M (ver inciso 4.2.13). Tomar como punto final el primer cambio de color de azul verdoso a café rojizo.

9.2.2.7 Llevar simultáneamente un testigo preparado con 50 mL de agua y todos los reactivos que se utilizan en el procedimiento.

10 CÁLCULOS

10.1 Método de reflujo cerrado / método espectrofotométrico:

10.1.1 Calcular la DQO en la muestra en miligramos por litro (mg/L) directamente de la curva de calibración, con la ecuación 1.

$$Y = mX+b \qquad \text{Ecuación 1}$$

10.1.2 Reportar los resultados en mg/L.

10.2 Método de reflujo abierto / método de titulación

10.2.1 La demanda química de oxígeno, expresada en mg O_2 /L, se calcula con la ecuación 2.

$$DQO = \frac{V_1 - V_2 \times M \times 8\,000}{V_3} \qquad \text{Ecuación 2}$$

donde,

V_1 es el volumen en mL de la disolución de sulfato ferroso amoniacal requerido

para la valoración del testigo;

V_2 es el volumen en mL de la disolución de sulfato ferroso amoniacal requerido para la valoración de la muestra;

V_3 es el volumen en mL de la muestra, y

M es la molaridad de la disolución de sulfato ferroso amoniacal utilizada en la determinación.

11 INTERFERENCIAS

11.1 El método no oxida uniformemente todos los materiales orgánicos. Algunos compuestos son muy resistentes a la oxidación, mientras que otros tales como los carbohidratos son fácilmente oxidables.

11.2 Los compuestos alifáticos volátiles de cadena abierta no se oxidan.

12 SEGURIDAD

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

12.2 Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en éste método. Debe tenerse en un archivo de referencia las hojas de información de seguridad, el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

12.3 Cuando se trabaje con cualquiera de los compuestos químicos descritos en este método, debe usar todo el tiempo equipo de seguridad, tal como: batas, guantes de látex y lentes de seguridad.

12.4 La preparación de todos los reactivos usados en este método debe efectuarse bajo una campana de extracción. Consulte las hojas de seguridad sobre manipulación y disposición de éstos.

12.5 El ácido sulfúrico es un compuesto químico debe manejarse con extremo cuidado. El adicionar ácido sulfúrico concentrado al agua produce una fuerte reacción exotérmica por lo cual esto debe realizarse muy lentamente con agitación y enfriamiento externo.

12.6 Cuando se adiciona ácido sulfúrico al agua el punto de ebullición de la mezcla resultante es considerablemente mas bajo que el del ácido sulfúrico solo (338ºC). Si la mezcla se coloca en la parrilla de digestión a una temperatura significativamente alta, pueden presentarse problemas de proyecciones dando como resultado la pérdida de muestra y contaminación además de posibles daños corporales. Siempre debe usarse una careta mientras se trabaje en las proximidades de la parrilla de digestión, especialmente durante el monitoreo de ésta.

12.7 El sulfato de plata es tóxico, evitar el contacto con el producto así como con sus disoluciones.

12.8 El sulfato mercúrico es muy tóxico, evitar el contacto con los productos químicos así como con sus disoluciones.

13 MANEJO DE RESIDUOS

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

13.1 Desecho de residuos

13.1.1 Para los residuos de mercurio, diluir todo el residuo ácido en aproximadamente dos veces su volumen original.

13.1.2 Ajustar el pH a un valor mayor de 7 adicionando lentamente disolución de hidróxido de sodio (40 % a 50 %, peso/volumen) con agitación, pudiendo también combinar este residuo con desechos alcalinos. Los residuos combinados deben tener un pH de 10 o mayor; en caso contrario, agregar hidróxido de sodio hasta que el pH alcance un valor de 10 a 11.

13.1.3 Agitar con pequeñas cantidades de disolución de tiosulfato de sodio (40 % a 50 % peso/volumen) mientras el residuo alcalino está aún tibio y hasta que no ocurra ninguna precipitación.

13.1.4 Dejar que sedimente el precipitado y drenar unos cuantos mililitros de la disolución sobrenadante asegurando que el pH esté aún arriba de 10, adicionar un volumen igual de disolución de tiosulfato de sodio. Si el sobrenadante aún contiene mercurio disuelto, se forma rápidamente un precipitado, indicando que debe adicionarse más tiosulfato de sodio.

13.1.5 Decantar o sifonear el sobrenadante y descartar después que el precipitado se ha sedimentado.

13.1.6 Lavar el precipitado dos veces con agua que contenga trazas de hidróxido de sodio, dejar sedimentar y descartar los lavados.

13.1.7 Secar el precipitado, primero con aire y después en una estufa a temperatura no mayor de 110ºC.

13.1.8 Almacenar los sólidos secos hasta que haya una cantidad suficiente acumulada para justificar el envío a algún sitio de reproceso. El mercurio metálico y los desechos organomercuriales deben almacenarse en contenedores herméticos hasta su reproceso comercial.

13.2 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de Control de Calidad (CC) el destino final de los residuos generados durante la determinación.

13.3 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga al sistema de alcantarillado pueden ser descargadas en el mismo.

14 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-003-1980	Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.
NMX-AA-014-1980	Cuerpos receptores - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.
NMX-AA-089/1-1986	Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.
PROY-NMX-AA-115-SCFI-2001	Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.
PROY-NMX-AA-116-SCFI-2001	Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.
ASTM D-1252-83	"Standard Test Method for Chemical Oxigen Demand in Water", American Society for Testing Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, vol. 11.02, pp 62-68, 1994.

Método 5220-C. "Chemical Oxigen Demand" "Closed Reflux, Colorimetric Method", American Public Health Association, "Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater", American Public Health Association, United States of America, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp. 5-12,5-16.

15 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

MIGUEL AGUILAR ROMO

JADS/AFO/DLR/MRG.

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 (CANCELA A LA NMX-AA-030-1981)

WATER ANALISIS - DETERMINATION FOR CHEMICAL OXYGEN DEMAND IN NATURAL, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

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. DE C.V.

- CENTRO DE SERVICIOS QUÍMICOS DE AGUASCALIENTES

- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA

- COMISIÓN ESTATAL DE AGUA Y SANEAMIENTO

- COMISIÓN FEDERAL DE ELECTRICIDAD

- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA

- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE

- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN 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 MEXICANO DEL PETRÓLEO

- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
  Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.

- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
  Campus Monterrey.

- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO DE PEMEX PERFORACIÓN Y MANTENIMIENTO DE POZOS

- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.

- MERCK- MÉXICO, S.A. DE C.V.

- NOVAMANN, S.A. DE C.V.
  Laboratorio Control Químico.

- PERKIN ELMER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.

- SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
  Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.

- SECRETARÍA DE SALUD

- SERVICIOS AMBIENTALES MULTIPLES E INGENIERÍA, S.A. DE C.V.

- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.

- SISTEMA INTERMUNICIPAL DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
  Unidad Azcapotzalco.

- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
  Facultad de Química;
  Instituto de Geofísica;
  Instituto de Ingeniería.

- VARIAN, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo **Página**

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Principio del método	2
3	Definiciones	2
4	Reactivos y patrones	6
5	Equipo y materiales	9
6	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	10
7	Control de calidad	10
8	Calibración	11
9	Procedimiento	11
10	Cálculos	13
11	Interferencias	14
12	Seguridad	15
13	Manejo de residuos	16
14	Bibliografía	17
15	Concordancia con normas internacionales	18