



**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS Y SALES
DISUELTAS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A
LAS NMX-AA-020-1980 Y NMX-AA-034-1981)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF SALTS AND SOLIDS
DISSOLVED IN NATURAL, WASTEWATERS AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**

0 INTRODUCCIÓN

Las aguas naturales o residuales con altos contenidos de sólidos suspendidos o sales disueltas no pueden ser utilizadas en forma directa por las industrias o por las plantas potabilizadoras. De ello se deriva el interés por determinar en forma cuantitativa estos parámetros.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de análisis para la determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El principio de este método se basa en la medición cuantitativa de los sólidos y sales disueltas así como la cantidad de materia orgánica contenidos en aguas naturales y residuales, mediante la evaporación y calcinación de la muestra filtrada o no, en su caso, a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de estos.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Aguas naturales

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

3.2 Aguas residuales

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

3.3 Bitácora

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

3.4 Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

3.5 Descarga

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

3.6 Disolución estándar

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

3.7 Medición

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

3.8 Muestra compuesta

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

3.9 Muestra simple

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

3.10 Parámetro

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

3.11 Peso constante

Es el peso que se registra cuando el material ha sido calentado, enfriado y pesado, y que en dos ciclos completos las pesadas no presentan una diferencia significativa.

3.12 Sales disueltos totales (SDT)

Substancias orgánicas e inorgánicas solubles en agua y que no son retenidas en el material filtrante.

3.13 Sólidos suspendidos totales (SST)

Sólidos constituidos por sólidos sedimentables, sólidos y materia orgánica en suspensión y/o coloidal, que son retenidas en el elemento filtrante.

3.14 Sólidos totales (ST)

Suma de los sólidos suspendidos totales, sales disueltas y materia orgánica.

3.15 Sólidos totales volátiles(SVT)

Cantidad de materia orgánica (incluidos aquellos inorgánicos) capaz de volatilizarse por el efecto de la calcinación a $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ en un tiempo de 15 min a 20 min.

3.16 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.

3.17 Verificación de la calibración

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

4 EQUIPO Y MATERIALES

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

4.1 Equipo

4.1.1 Bomba de vacío

4.1.2 Estufa eléctrica, para operar de 103°C a 105°C

4.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

4.1.4 Mufla eléctrica para operar a 500°C $\pm$ 50°C

4.2 Materiales

4.2.1 Cápsulas de evaporación adecuadas al volumen de la muestra

4.2.2 Desecador, provisto con un desecante que contenga un indicador colorido de humedad

4.2.3 Crisol Gooch de poro fino con adaptador de hule para el equipo de filtración

4.2.4 Matraz Kitazato de 1 L a 2 L de capacidad

4.2.5 Filtro de fibra de vidrio de tamaño adecuado al crisol Gooch utilizado con una porosidad de 2 μ m o menor

4.2.6 Pinzas para crisol

4.2.7 Guantes para protección al calor

4.2.8 Careta para protección al calor

5 REACTIVOS Y PATRONES

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

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad: megohm-cm a 25°C: 0,2 min; b) Conductividad: $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C: 5,0 Máx.; c) pH: 5,0 a 8,0

- 5.1 Cloruro de sodio (NaCl)
- 5.2 Carbonato de calcio (CaCO_3)
- 5.3 Almidón en polvo
- 5.4 Disolución estándar para muestras de control. Agregar la cantidad necesaria de almidón, Cloruro de Sodio (ver inciso 5.1) y Carbonato de Calcio (ver inciso 5.2) de acuerdo con la concentración deseada de sólidos en las muestras de control y diluir a 1 L. Este patrón debe prepararse cada vez que se realice el método.

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 6.1 Deben tomarse un mínimo de 500 mL de muestra en envases de polietileno y taparse inmediatamente después de la colecta. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.
- 6.2 No se requiere de ningún tratamiento específico en campo.
- 6.3 Debe preservarse la muestra a 4°C hasta su análisis.
- 6.4 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 h posteriores a su colecta. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

7 CONTROL DE CALIDAD

- 7.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 7.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:
- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis, y
 - Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
 - a) Identificación de la muestra;
 - b) Fecha del análisis;
 - c) Procedimiento cronológico utilizado;
 - d) Cantidad de muestra utilizada;
 - e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
 - f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
 - g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados, y
 - h) Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

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

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

8 CALIBRACIÓN

Se debe contar con un registro de verificación de la calibración para el siguiente equipo:

- 8.1 Balanza analítica.

9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Preparación de cápsulas de porcelana

- 9.1.1 Las cápsulas se introducen a la mufla a una temperatura de $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, durante 20 min como mínimo. Después de este tiempo transferirlas a la estufa a $103^{\circ}\text{C} - 105^{\circ}\text{C}$ aproximadamente 20 min.

- 9.1.2 Sacar y enfriar a temperatura ambiente dentro de un desecador.
- 9.1.3 Pesar las cápsulas y registrar los datos.
- 9.1.4 Repetir el ciclo hasta alcanzar el peso constante, el cual se obtendrá hasta que no haya una variación en el peso mayor a 0,5 mg. Registrar como peso G.

- 9.2 Preparación de crisoles Gooch
 - 9.2.1 Introducir el filtro de fibra de vidrio en el crisol con la cara rugosa hacia arriba, mojar el filtro con agua para asegurar que se adhiera al fondo del crisol.
 - 9.2.2 Los crisoles se introducen a la mufla a una temperatura de $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, durante 20 min como mínimo. Después de este tiempo transferirlos a la estufa a $103^{\circ}\text{C} - 105^{\circ}\text{C}$ aproximadamente 20 min.
 - 9.2.3 Sacar y enfriar a temperatura ambiente dentro de un desecador.
 - 9.2.4 Pesar los crisoles y repetir el ciclo hasta alcanzar el peso constante, el cual se obtiene hasta que no haya una variación en el peso mayor a 0,5 mg. Registrar como G3.

- 9.3 Preparación de la muestra
 - 9.3.1 Sacar las muestras del sistema de refrigeración y permitir que alcancen la temperatura ambiente. Agitar las muestras para asegurar la homogeneización de la muestra.
- 9.4 Medición para sólidos totales (ST) y sólidos totales volátiles(SVT)
 - Determinación para sólidos totales (ST):
 - 9.4.1 En función de la cantidad de sólidos probables tomar una cantidad de muestra que contenga como mínimo 25 mg/L de sólidos totales, generalmente 100 mL de muestra es un volumen adecuado.
 - 9.4.2 Transferir la muestra a la cápsula de porcelana que previamente ha sido puesta a peso constante (ver inciso 9.1.4).
 - 9.4.3 Llevar a sequedad la muestra en la estufa a $103^{\circ}\text{C}-105^{\circ}\text{C}$.

- 9.4.4 Enfriar en desecador hasta temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso G1.
- Determinación para sólidos totales volátiles(SVT):
- 9.4.5 Introducir la cápsula conteniendo el residuo (ver inciso 9.4.4) a la mufla a $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ durante 15 min a 20 min, transferir la cápsula a la estufa a $103^{\circ}\text{C} - 105^{\circ}\text{C}$ aproximadamente 20 min, sacar la cápsula, enfriar a temperatura ambiente en desecador y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso G2.
- 9.4.6 Cuando se determinen muestras por duplicado o triplicado, los resultados como máximo pueden tener una variación del 5 por ciento del promedio de los resultados.
- 9.5 Sólidos suspendidos totales (SST) y sólidos suspendidos totales (SST)
- Determinación de los sólidos suspendidos totales (SST):
- 9.5.1 Medir con una probeta, un volumen adecuado de la cantidad seleccionada de muestra previamente homogeneizada la cual depende de la concentración esperada de sólidos suspendidos.
- 9.5.2 Filtrar la muestra a través del crisol Gooch preparado anteriormente aplicando vacío (ver inciso 9.2), lavar el disco tres veces con 10 mL de agua, dejando que el agua drene totalmente en cada lavado.
- 9.5.3 Suspendir el vacío y secar el crisol en la estufa a una temperatura de 103°C a 105°C durante 1 h aproximadamente. Sacar el crisol, dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante registrar como peso G4.
- Determinación de sólidos suspendidos totales (SST):
- 9.5.4 Introducir el crisol que contiene el residuo (ver inciso 9.5.3) y el disco a la mufla, a una temperatura de $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ durante 15 min a 20 min. Sacar el crisol, de la mufla e introducirlo a la estufa a una temperatura de $103^{\circ}\text{C} - 105^{\circ}\text{C}$ durante 20 min aproximadamente. Sacar y enfriar a temperatura ambiente en desecador y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso G5.
- 9.6 Sales disueltas totales (SDT)
- 9.6.1 La determinación de las sales disueltas totales es por diferencia entre los sólidos totales menos sólidos suspendidos totales.

10 CÁLCULOS

10.1 Calcular el contenido de sólidos totales de las muestras como sigue:

$$ST = (G1 - G) * 1\,000 / V$$

donde:

ST son los sólidos totales, en mg/L;
G1 es el peso de la cápsula con el residuo, después de la evaporación, en mg;
G es el peso de la cápsula vacía, en mg a peso constante, y
V es el volumen de muestra, en mL.

10.2 Calcular el contenido de sólidos totales volátiles de las muestras como sigue:

$$SVT = (G1 - G2) * 1\,000 / V$$

donde:

SVT es la materia orgánica total, en mg/L;
G2 es el peso de la cápsula con el residuo, después de la calcinación, en mg,
y
V es el volumen de muestra, en mL.

10.3 Calcular el contenido de sólidos suspendidos totales de las muestras como sigue:

$$SST = (G4 - G3) * 1\,000 / V$$

donde:

SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L;
G3 es el peso del crisol con el disco a peso constante, en mg;
G4 es el peso del crisol con el disco y el residuo seco, en mg, y
V es el volumen de muestra, en mL.

10.4 Calcular el contenido de sólidos suspendidos totales de las muestras como sigue:

$$SST = (G4 - G5) * 1\ 000 / V$$

donde:

- SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L;
G5 es el peso del crisol con el residuo, después de la calcinación, en mg;
V es el volumen de muestra, en mL.
- 10.5 Calcular el contenido de sales disueltas totales de las muestras como sigue:

$$SDT = ST - SST$$

donde:

- SDT son las sales disueltas totales, en mg/L
ST son los sólidos totales, en mg/L
SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L
- 10.6 Reportar los valores obtenidos de la muestra control junto con los resultados del análisis.
- 10.7 Reportar los resultados, en mg/L.

11 INTERFERENCIAS

- 11.1 La heterogeneidad de la muestra que contiene una o más de dos fases puede provocar errores durante el muestreo en campo y en la toma de alícuotas de la misma para la determinación de sólidos. Se recomienda homogeneizar la muestra en lo posible antes de tomar la alícuota.
- 11.2 Si parte de los sólidos de la muestra se adhieren a las paredes de los contenedores, ya sea en el material de muestreo o en los utensilios de trabajo, considerar lo anterior en la evaluación y en el reporte de resultados.
- 11.3 La temperatura a la cual el residuo se seca, tiene un efecto muy importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en el peso de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o el desprendimiento de gases por descomposición química y/o por la oxidación del residuo, así como por la oclusión de agua.

- 11.4 El tipo de filtro, el tamaño del poro, el grosor del filtro, el tamaño de la partícula y la cantidad de material depositado en el filtro son los principales factores que afectan la separación de los sólidos suspendidos y las sales disueltas.
- 11.5 Los resultados para las muestras con alto contenido de grasas y aceites son cuestionables debido a la dificultad de secado a peso constante en un tiempo razonable.

12 SEGURIDAD

- 12.1 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 en este método.
- 12.2 Cuando se trabaje este método, debe usarse todo el tiempo equipo de seguridad, tal como: batas, guantes de látex, guantes de protección térmica, lentes de seguridad y careta de protección.

13 MANEJO DE RESIDUOS

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

- 13.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- 13.2 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

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.

NMX-AA-115-SCFI-2001

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

NMX-AA-116-SCFI-2001

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

2540 "Solids", 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. 2-53 - 2-58.

"Solids". Environmental Protection Agency, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, 1986.

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

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.

**MÉXICO D.F., A
EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

MIGUEL AGUILAR ROMO

JADS/AFO/DLR/MRG

NMX-AA-034-SCFI-2001

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS Y SALES
DISUELTAS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A
LAS NMX-AA-020-1980 Y NMX-AA-034-1981)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF SALTS AND SOLIDS
DISSOLVED 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. 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

- 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.

- 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 MÚLTIPLES 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

0 Introducción

1

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