SECRETARÍA DE ECONOMÍA

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-007-SCFI-2008

ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA LA NMX-AA-007-SCFI-2000)

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

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

PREFACIO

En la elaboración de esta norma mexicana están participando las siguientes empresas e instituciones:

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ASESORÍA TECNOLÓGICA EN CUERO Y CALZADO, A.C. (CIATEC)
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- ECCACIV, S. A. DE C. V.
- ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN, A.C.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB, Q.F.B. MARTHA ELENA IZAGUIRRE VILLANUEVA
- INTEMA, S.A. DE C.V.

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C. Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental (CITSA)
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE C.V
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO PAJARITOS
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA / SERVICIOS AMBIENTALES

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
  Facultad de Química
  Instituto de Biología

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo **Página**

0 INTRODUCCIÓN 1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN 2
2 REFERENCIAS 3
3 DEFINICIONES 3
4 PRINCIPIO 9
5 REACTIVOS Y PATRONES 9
6 MATERIALES 10
7 EQUIPO 10
8 RECOLECCION, PRESERVACION Y ALAMACENAMIENTO DE MUESTRAS 10
9 CONTROL DE CALIDAD 11
10 VERIFICACIÓN 12
11 PROCEDIMIENTO 13
12 CÁLCULOS 15
13 INFORME DE LA PRUEBA 15
14 INTERFERENCIAS 16
15 SEGURIDAD 20
16 MANEJO DE RESIDUOS 20
17 VIGENCIA 20
18 BIBLIOGRAFÍA 20
19 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES 22
APÉNDICE INFORMATIVO A 23
APÉNDICE INFORMATIVO B 25

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-007-SCFI-2008

ANÁLISIS DE AGUA – DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA LA NMX-AA-007-SCFI-2000)

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 (°Celsius) = T (kelvin) - 273,15 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 celsius (ºC).

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 mexicana es indispensable contar con un instrumento de medición con trazabilidad demostrable al sistema internacional de unidades.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de prueba para la medición 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 ± 0,2°C en el intervalo comprendido entre (0 y 80)°C; también es aplicable a la medición de la temperatura de disoluciones en las operaciones generales del laboratorio de análisis de aguas en el intervalo de (0 a 100) °C y para efectuar el control de verificación del material volumétrico. El método no es aplicable a la medición

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 mexicana se deben consultar las siguiente normas mexicanas vigentes:

NOM-011-SCFI-2004	Instrumentos de medición - Termómetros de líquido en vidrio para usos generales
NMX-AA-003-1980	Aguas residuales.- Muestreo.
NMX-AA-014-1980	Cuerpos receptores.- Muestreo.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana 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 especificadas, la relación entre los valores de las magnitudes indicadas por un instrumento de medición o un sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada o un material de referencia y los valores correspondientes de la magnitud, realizada 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 Desviación estándar experimental:

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, s es la magnitud que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la siguiente fórmula:

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

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

3.7 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.

3.8 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.

3.9 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(Fahrenheit) = (9/5) t (Celsius) + 32

3.10 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.

3.11 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.

3.12 Material de referencia (MR):

Material o substancia cuyo(s) valor(es) de la(s) propiedad(es) es(son) suficientemente homogénea(s) y bien definida(s), para permitir su uso para la calibración de un instrumento, la evaluación de un método o la atribución de valores a los materiales.

NOTA 1: un material de referencia puede presentarse bajo la forma de un gas, de un líquido o de un sólido, puro o mezclado.

Ejemplos: el agua para la calibración de viscosímetros, el zafiro que permite calibrar la capacidad térmica de un calorímetro y las disoluciones utilizadas para la calibración en análisis químicos.

NOTA 2: este término también es conocido como “disolución de referencia”

3.13 Material de referencia certificado (MRC):

Material de referencia, acompañado de un certificado cuyo(s) valor(es) de la(s) propiedad(es) es(son) certificado(s) por un procedimiento que establece su trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual los valores de propiedad son expresados y para la cual cada valor certificado está acompañado de una incertidumbre con un nivel de confianza indicado.

3.14 Medición:

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

3.15 Mensurando:

Magnitud particular sujeta a medición.

3.16 Muestra simple o instantánea:

Es la que se toma ininterrumpidamente durante el período necesario para completar un volumen que resulte representativo de la descarga de aguas residuales, en el sitio y en el momento del muestreo

3.17 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
$\bar{x}$ es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

3.18 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.

3.19 Temperatura:

Potencial o grado calorífico referido a un cierto cuerpo.

3.20 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.

3.21 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.

3.22 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.

3.23 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.

3.24 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.

3.25 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.

3.26 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.

3.27 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.

3.28 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.

3.29 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.

3.30 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.

3.31 Verificación:

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

4 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.

5 REACTIVOS Y PATRONES

5.1 Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad, megohm-cm a 25 ºC: 0,2 mínimo; b) Conductividad, μS/cm a 25 ºC: 5,0 máximo y c) pH: 5,0 a 8,0.

5.2 Hielo picado preparado a partir de agua destilada, mantenido a una temperatura poco menor que 0°C.

6 MATERIALES

6.1 Termómetro o juego de termómetros de mercurio en vidrio ó líquido en vidrio, con graduaciones de 1 °C, en un intervalo de temperatura que abarque por lo menos desde –1°C hasta 50 ó 101 °C, verificado y con trazabilidad demostrable al sistema internacional de unidades. 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.

6.2 Termómetro o juego de termómetros de uso general, de mercurio en vidrio, líquido en vidrio, de preferencia de inmersión parcial, con graduaciones mínimas en 1 °C, en un intervalo de temperatura que incluya la de los diferentes tipos de aguas por examinar, 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 verificación con trazabilidad demostrable al sistema internacional de unidades.

6.3 Envases de polietileno o de vidrio limpios.

6.4 Vasos térmicos de doble pared tipo Dewar, provistos de su respectiva tapa.

7 EQUIPO

7.1 Baño termostático con control de temperatura ajustable por lo menos entre (10 y 90) °C con variaciones no mayores que ± 0,5 °C, con líquido termostático apropiado y dispositivo de agitación o equipo comercial especial para la verificación de termómetros.

8 RECOLECCION, PRESERVACION Y ALAMACENAMIENTO DE MUESTRAS

8.1 Para esta medición 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-003-1980 o NMX-AA-014-1980 respectivamente. Las determinaciones de temperatura deben efectuarse de inmediato en el lugar de muestreo.

8.3 Cuando sea posible, se efectúa la medición 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 y medir de inmediato 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:

9.2.1 Los nombres y títulos de los analistas o muestreadores que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis, y

9.2.2 Las bitácoras ó registros de los muestreadores o del analista en los que se contengan los siguientes datos:

9.2.2.1 Identificación de la muestra;
9.2.2.2 Fecha del análisis;
9.2.2.3 Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;

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

10 VERIFICACIÓN

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, verificados por comparación de lecturas con termómetros calibrados con trazabilidad demostrable al sistema internacional de unidades, 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.

10.2 Verificación de los termómetros de uso rutinario

10.2.1 Esta verificación se efectúa por comparación de las lecturas del termómetro que se verifica con las de un termómetro calibrado 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 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 verificar en el baño termostático y junto el termómetro calibrado de forma que los bulbos se sitúen en el mismo nivel de profundidad.

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 verificar y del termómetro calibrado. 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 45 ó 90 °C.

10.3 Frecuencia de control de verificación de los termómetros

10.3.1 En condiciones normales de uso, en los termómetros verificados 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. Por lo menos anualmente. Debe conservarse el historial de control de los termómetros durante la vida útil de los mismos.

10.3.2 Con periodicidad mínima anual, el laboratorio debe efectuar un control interno del punto del hielo fundente de sus termómetros calibrados. 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, acreditado. Debe conservarse el historial de control interno de los termómetros calibrados durante la vida útil de los mismos.

10.3.3 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.

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 constantes[1] . 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 Celsius (ºC).

En el caso de aguas residuales, todas las lecturas deben hacerse en las descargas. En caso de que no sea posible, ésta puede medirse 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 Medición 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 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 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.

---

[1] 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.

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

11.1.4 Realizar por triplicado las operaciones 11.1.1 a 11.1.3.

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

11.2.1 La temperatura debe medirse 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 verificación o calibración y, si el termómetro es de líquido en vidrio 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.

13 INFORME DE LA PRUEBA

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

13.1 Identificación completa de la muestra;

13.2 Referencia de este método;

13.3 La lectura de temperatura obtenida, en ºC, ambiental y de la muestra;

13.4 Fecha 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 del líquido 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 líquido. 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 verificación, debe sumarse algebraicamente a las demás correcciones estipuladas. 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 sobrecalientamiento 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:

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

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 = 0,000 16 °C;

N es el número de grados Celsius que abarca la columna de mercurio emergente, medido como diferencia entre la temperatura T_o y la graduación de la escala del termómetro que coincide con la superficie del líquido;

T_o 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 ambiente[2]. Debe subrayarse que la corrección por columna emergente sólo es aproximada por lo que para diferencias de

[2] 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 x 20 x 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 x 55 x 35 °*C* = 0,31 °*C* y no es despreciable.

temperatura (To – 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 ó de líquido en vidrio 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.

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 medición, la muestra que se haya tomado se regresa al cuerpo de agua muestreado.

17 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

18 BIBLIOGRAFÍA

18.1 NOM-001-SEMARNAT-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.

18.2 NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida

18.3 NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1.

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

18.5 NMX-AA-115-SCFI-2001 - Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

18.6 NMX-AA-116-SCFI-2001 - Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos.

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

18.8 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.

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

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

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

18.12 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.

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

18.14 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.

19 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna norma internacional por no existir norma internacional sobre el tema tratado.

México D.F., a

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

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 ºC.

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 ºC, 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 ºC 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, empacar 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.

SECRETARÍA DE ECONOMÍA

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 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.