



Laboratorio de Tratamiento del Agua

Dra. Sandra Luz Castañón Alonso

Dr. Guadalupe Ramos Sánchez

Dr. Alejandro Islas Jácome

Laboratorio de Tratamiento del Agua

Dra. Sandra luz Castañón Alonso

Dr. Guadalupe Ramos Sánchez

Dr. Alejandro Islas Jácome

Manual de prácticas



Casa abierta al tiempo

Dr. Eduardo Peñalosa Castro

Rector General

Dr. José Antonio de los Reyes Heredia

Secretario General

Dr. Rodrigo Díaz Cruz

Rector de la UAM-Iztapalapa

Dr. Andrés Francisco Estrada Alexanders

Secretario de la Unidad Iztapalapa

Dr. Jesús Alberto Ochoa Tapia

Director de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería

Mtro. Federico Buñuelos Bárcena

Coordinador de Extensión Universitaria

Lic. Adrián Felipe Valencia Llamas

Jefe de la sección de Producción Editorial

Manual del Laboratorio de tratamiento del Agua

Primera edición: 2021

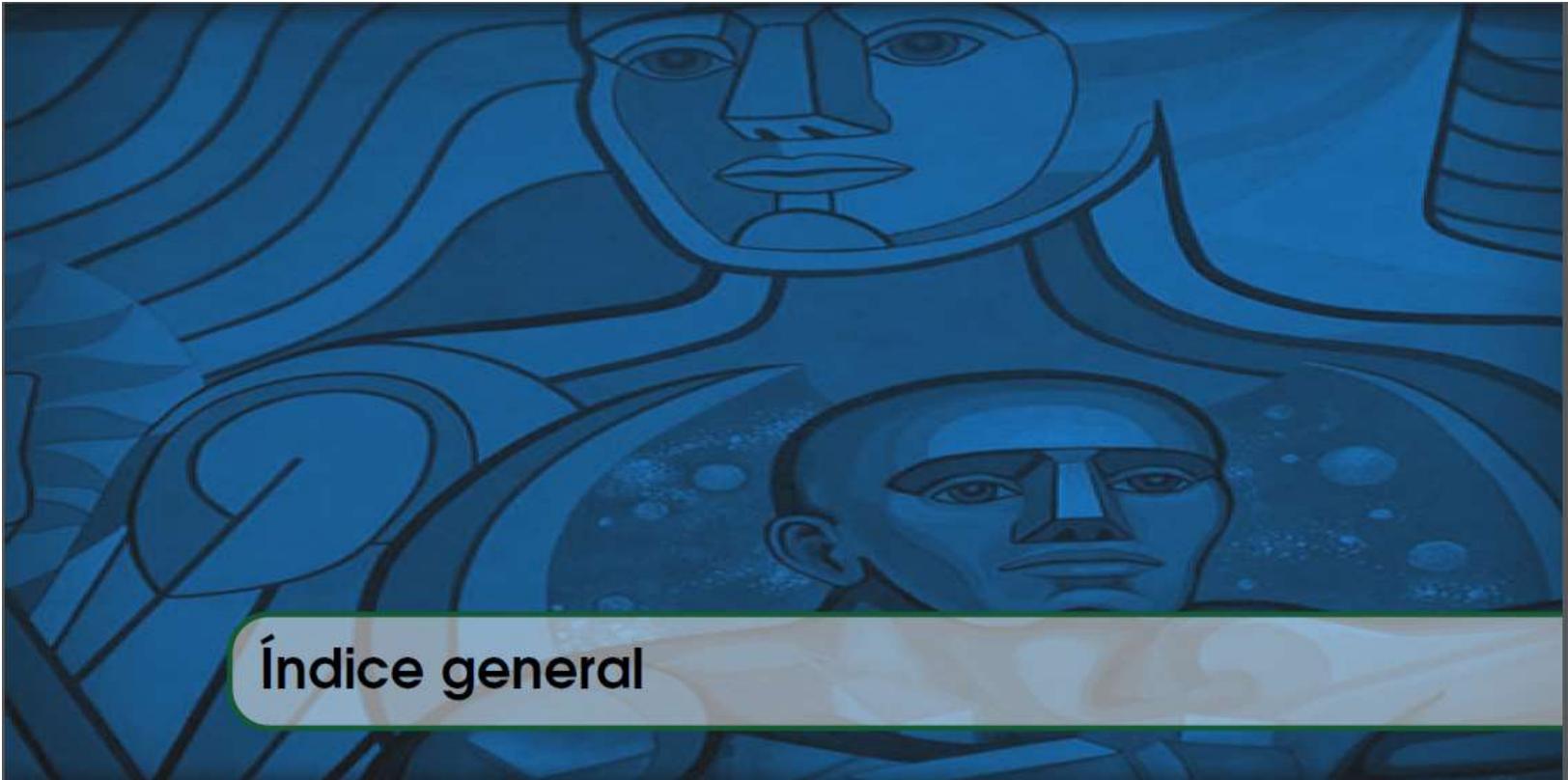
© UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA-IZTAPALAPA

Av. San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina, Alc., Iztapalapa, C.P. 09340, CDMX, México.

ISBN Colección: 978-607-477-998-1

Clave interna de publicación: 05.0505.II.14.001.2021

Impreso y hecho en México / Printed in Mexico



Índice general

I Acerca del manual

- i. Prefacio i
- ii. Acerca de los autores ii
- iii. Reseña de las prácticas iii

II Prácticas de laboratorio

- 1. Práctica 1. Muestreo y preparación de la muestra 1
- 2. Práctica 2. Caracterización física de agua potable y residual11
- 3. Práctica 3. Determinación del color real y aparente:
Purificación con Carbón activado 21
- 4. Práctica 4. Determinación de dureza y alcalinidad del agua 32
- 5. Práctica 5. Coagulación y floculación (Prueba de Jarras) 44
- 6. Práctica 6. Demanda Química de Oxígeno 55

7.	Práctica 7. Identificación y Separación de Cationes en muestras de agua	62
8.	Práctica 8. Electrocoagulación	73
9.	Práctica 9. Oxidación Avanzada Electroquímica	78
10.	Práctica 10. Determinación de la demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)....	85

III Anexos

iv.	Anexo 1. Diagrama del procedimiento de demanda Bioquímica de Oxígeno....	iv
v	Anexo 2. Blanco de Reactivos	v
vi.	Anexo 3. Relaciones Matemáticas	vi



I Acerca del manual

- i. Prefacio..... i**
- ii. Acerca de los Autores..... ii**
- iii. Reseña de las Prácticas..... iii**

Prefacio

La División de Ciencias Básicas e Ingeniería (CBI) de la Universidad Autónoma Metropolitana – Iztapalapa en su labor de actualización y adecuación de los planes y programas de estudio de sus licenciaturas, ha considerado necesario la realización del presente manual. La U.E.A. Tratamiento del Agua (2122195) forma parte del Plan de Estudios de la Licenciatura en Ingeniería Hidrológica. Los objetivos son identificar las principales fuentes de contaminación de los cuerpos de agua, conocer los aspectos fundamentales de la clasificación y normatividad de la calidad del agua, y aplicar los elementos del tratamiento de aguas residuales en la solución de problemas prácticos. Esta U.E.A. considera la realización de actividades experimentales (prácticas de laboratorio) para complementar y poner en práctica el conocimiento adquirido en las sesiones de teoría, por lo que es conveniente contar con un manual de prácticas adaptado al sistema trimestral de estudios que sigue nuestra Universidad. El manual de laboratorio de tratamiento del agua que aquí se presenta fue diseñado para reforzar y ampliar los conocimientos teóricos adquiridos en clase por medio de 10 prácticas, todas vinculadas con el contenido sintético del programa de estudios de la U.E.A. Cada práctica detalla el método que se empleará para alcanzar los objetivos, materiales, equipos y reactivos necesarios para la realización de la práctica, así como el procedimiento a seguir. En el apartado de resultados, se solicita que los alumnos interpreten los datos obtenidos, elaboren gráficas comparativas, resuelvan un cuestionario y que realicen una investigación para profundizar en el tema de estudio; también se presentan observaciones importantes que deben ser tomadas en cuenta para un mejor desempeño grupal. Se detalla la relación entre la actividad realizada y el aprendizaje adquirido con el tema del plan de estudios. Cabe destacar que, en algunas prácticas se incluyen anexos, en particular, en las que son necesarias tablas estandarizadas, además aquellas que pudieran ser muy extensas se han dividido en dos sesiones, por lo que a criterio del profesor se cuenta con un abanico de posibilidades para reforzar el conocimiento.

2. Acerca de los autores



Sandra Luz Castañón Alonso, PhD

Es profesora curricular del departamento de Química de la UAM-Iztapalapa. Actualmente es parte del área de Fisicoquímica de superficies. Sus principales líneas de investigación son la síntesis, caracterización y la integración de polímeros en diversos procesos químicos, electroquímicos y bioquímicos. Ha impartido los cursos teórico-prácticos de Física y Química del agua y tratamiento del agua en el programa de la licenciatura en Ingeniería Hidrológica.



Guadalupe Ramos Sánchez, PhD

Catedrático Conacyt comisionado al Departamento de Química de la UAM-Iztapalapa. Actualmente es integrante del Sistema Nacional de Investigadores Nivel I; ha publicado más de 50 artículos con más de 800 citas. Sus principales líneas de investigación son la aplicación de tecnologías electroquímicas en el aprovechamiento de energías renovables en especial en baterías electroquímicas y celdas de combustible. Ha impartido los cursos de Física y Química del agua en el programa de la licenciatura en Ingeniería Hidrológica.



Alejandro Islas Jácome, PhD

Profesor Titular en el Área de Química Inorgánica del Departamento de Química de la UAM-Iztapalapa. Sus principales líneas de investigación son la síntesis de compuestos poliheterociclos por reacciones de multicomponentes, síntesis de ligantes precursores de polímeros de coordinación y química biomolecular.

3. Reseña de las prácticas

La **práctica 1** cubre los requisitos básicos para realizar el muestreo de aguas de tal forma que no se vean afectadas por el método de recolección.

En la **práctica 2** se revisan los métodos experimentales de caracterización física, como propiedades organolépticas o conductividad, entre otras que permitan la caracterización de muestras de agua potable y residual. La **práctica 3** continúa con las propiedades físicas de las muestras de agua. Se introducen los conceptos para la determinación de color y una de las formas más simples de descontaminación como es la adsorción con carbón activado.

En la **práctica 4** se determina experimentalmente dos de las propiedades más significativas del agua, la dureza y la alcalinidad total. Dichos parámetros tienen gran influencia sobre la idoneidad del agua para usos industriales.

La **práctica 5** consiste en una serie de pruebas llamada en conjunto “prueba de jarras”. Se revisan los parámetros con mayor influencia en los procesos de coagulación y floculación para diferentes tipos de muestras de agua y se proponen experimentos variando concentración de coagulante y pH.

En la **práctica 6** se introduce el concepto de Demanda Química de Oxígeno y se realiza su determinación por un método sencillo y reproducible como es el sistema de reflujo cerrado.

En la **práctica 7** se identifican varios tipos de cationes en disolución utilizando marchas analíticas, la cual es una de las técnicas más vistosas para determinar cationes potencialmente dañinos. Se analizan los conceptos y se realiza la identificación en soluciones modelo y reales. Mientras que en la **práctica 10** se analiza la caracterización de agua por medio de la demanda bioquímica de oxígeno.



II Prácticas de Laboratorio

1. Muestreo y preparación de la muestra.....	1
2. Caracterización física de agua potable y residual.....	11
3. Determinación del color real y aparente, purificación con Carbón activado.....	21
4. Determinación de dureza y alcalinidad de agua	32
5. Coagulación y floculación (Prueba de jarras)..	44
6. Demanda Química de Oxígeno.....	55
7. Identificación y Separación de Cationes en muestras de agua	62
8. Electrocoagulación.....	73
9. Oxidación Avanzada Electroquímica.....	78
10. Determinación de la demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)	85



A criterio del profesor la práctica se puede dividir en dos partes: a) preparación de muestras y b) actividades experimentales.

1. Muestreo y preparación de la muestra

1.1 Objetivos

- Conocer y aplicar los procedimientos de muestreo a diferentes cuerpos de agua y aguas residuales.
- Aplicar los criterios para el manejo, prevención y transporte de muestras.
- Recolectar muestras de agua potable y residual, y aplicar correctamente la aplicación de la cadena de custodia.
- Determinar parámetros físicos en muestras recolectadas, como: Olor, Color, pH, etc.

1.2 Introducción

Las técnicas de muestreo deben asegurar la obtención de muestras representativas, ya que los datos que se deriven de su análisis serán la base para el proyecto de las instalaciones de tratamiento o para la verificación del cumplimiento de la normatividad, entre muchas otras aplicaciones. Por lo tanto, el muestreo se debe llevar a cabo de manera minuciosa para que sea reproducible y pueda conservar las condiciones físicas y químicas de las muestras durante los períodos de traslado, almacenamiento y análisis.

1.2.1 Recomendaciones para el muestreo

Independientemente del sistema utilizado, algunas normas usuales para tener en cuenta durante un muestreo de aguas (extraídas de la práctica cotidiana) son:

- Cuando se van a tomar varias muestras en un punto o estación de muestreo, se tomará en primer lugar el volumen destinado al análisis microbiológico, después la alícuota

destinada al análisis biológico y en último lugar la destinada a las determinaciones fisicoquímicas, con lo cual se evitarán posibles contaminaciones.

- En muestreos de profundidad en lagos o embalses, las muestras se colectarán desde la superficie hacia la zona más profunda, para eludir en lo posible la mezcla de capas de agua.
- Las muestras de agua de fondo se colectarán evitando remover los sedimentos, circunstancia que alteraría el resultado analítico posterior.
- En muestras de vertidos, es importante considerar que la concentración de partículas se afecta tanto en profundidad como espacialmente, pudiendo no ser homogénea en el tiempo.
- Si se toman muestras de agua profunda, el recipiente debe quedar herméticamente cerrado para evitar que sustancias oxidables al contacto con el aire varíen su concentración desde su origen hasta el momento del análisis definitivo en el laboratorio.

1.2.2 Definición de muestreo

Cuando se pretende conocer el estado microbiológico de un sistema, como alimentos envasados en porciones individuales (botellas de leche, latas de conserva, tripas de embutidos, etc.), no envasados (como canales de carnes), sistemas naturales (como un río, un lago), etc., solo se puede analizar una pequeña parte del mismo. Esta fracción del sistema, que se denomina “muestra” debe representar plenamente las propiedades del sistema. El muestreo consiste en tomar esa fracción del sistema, de forma que la muestra recogida sea representativa.

En el caso de alimentos envasados, el muestreo consiste en tomar un pequeño número de muestras de cada lote o remesa, elegidas de modo que estas muestras sean representativas del total. El muestreo se basa en la suposición de que todas las muestras del mismo lote son similares por haber sufrido un trato igual. Sin embargo, hay que tener presente que a veces una unidad estropeada puede escapar al muestreo, aunque esto sucede sólo en pocos casos. En el caso de alimentos no envasados, consistirá en tomar una porción de una manera aséptica y en el caso de aguas, tomar un volumen determinado, también de forma aséptica.

1.2.3 Condiciones que deben cumplirse en la toma de muestras

Las condiciones que se deben cumplir para realizar una toma de muestras son:

- El operador debe poseer conocimientos microbiológicos generales y usar estos aplicando el sentido común.
- Se deben conocer las características fisicoquímicas y microbiológicas del material que se va a analizar.
- La muestra debe ser representativa. Para ello es necesario realizar el muestreo con el procedimiento adecuado para cada caso.
- La cantidad de muestra tomada debe ser suficiente para realizar todo el proceso analítico. Es conveniente tomar al menos el doble de la cantidad mínima para tener

una reserva de muestra en previsión de algún error que pueda obligar a repetir el análisis.

- Las operaciones de toma de muestra deben preservar la identidad de la misma. Esto significa que deben evitarse contaminaciones de la muestra, lo que obliga a trabajar con instrumentos y recipientes estériles. Si por descuido del operador se produce contaminación de una muestra con los restos de otra se dice que es una contaminación cruzada.

1.2.4 Transporte y conservación de las muestras

El adecuado transporte y conservación de las muestras se consigue cumpliendo una serie de requisitos:

- El tiempo transcurrido entre la toma de muestra y el comienzo del análisis en el laboratorio debe ser lo más corto posible.
- Toda muestra debe estar correctamente identificada.

Deben seguirse todas las precauciones necesarias para preservar la representatividad de la muestra. Esto significa que:

- Se procura evitar contaminaciones de las muestras durante su transporte y almacenamiento.
- Se debe evitar el sobre crecimiento de microorganismos.
- La refrigeración es un método útil en aquellas muestras destinadas a realizar recuentos de gérmenes (orina, agua, leche, etc.); sin embargo, sólo funciona por tiempo limitado. Estas composiciones de materiales usados (muestras), deben conservarse en refrigeración máximo de 24 horas a 4 °C o a temperaturas que eviten un cambio en su composición.
- Deben conocerse las características de la muestra para evitar su transporte y conservación inadecuados.
- Los envases utilizados y su manipulación deben evitar derrames, que pueden llegar a ser peligrosos. Los recipientes deben, por tanto, ser herméticos y mecánicamente resistentes. Debe evitarse -cuando sea posible- el empleo de envases de vidrio.

1.2.5 Preparación de muestras para su análisis

Hay muestras que pueden ser cultivadas o sometidas a pruebas de identificación tal y como se reciben en el laboratorio. Sin embargo, muchas otras deben ser preparadas (modificadas) antes del análisis microbiológico. Esto sucede cuando se presenta alguna de estas condiciones:

- La muestra es sólida o pastosa y se hace necesario licuarla.
- La muestra contiene una elevada carga bacteriana, debiendo ser diluida.

La obtención de muestreos se usa en proyectos de instalaciones de tratamiento o la verificación y cumplimiento de normatividad entre otras, este proceso debe ser minucioso para su producción durante los periodos de almacenamiento y análisis.

En estos procesos de análisis debe haber una cantidad de material adecuado, y la mezcla debe ser homogénea y representativa.

Su determinación debe hacerse lo más pronto posible ya que la actividad biológica puede cambiar las características físicas, como el color. El manejo de dicha muestra debe ser cuidadoso para evitar cambios o contaminaciones; para ello debe haber la menor exposición al medio ambiente, así como conservarse en frascos tapados herméticamente, hacer registro de cada muestra obtenida (fecha, hora, localización, temperatura del agua, entre otros datos necesarios); y mezclarse perfectamente antes de su análisis.

En estos análisis puede haber interferencias como la turbidez en las concentraciones, que da una alteración en las muestras presentando cambios en su coloración y alteración en el pH.

Las técnicas de muestreo deben asegurar la obtención de muestras representativas, ya que los datos que se deriven de los análisis de dichas muestras, serán la base para el proyecto de la instalación de tratamiento o para la verificación del cumplimiento de la normatividad entre muchas otras aplicaciones que pudieran tener los resultados. De allí que el muestreo se debe llevar a cabo de manera minuciosa para que sea reproducible y para conservar las condiciones físicas y químicas de las muestras durante los periodos de traslado, almacenamiento y análisis.

Dentro del proceso analítico, la influencia del muestreo es crucial, ya que, de nada serviría un análisis riguroso de la muestra si esta no representa al sistema que se quiere medir. Por ejemplo, si se quiere analizar el contenido de un recipiente, se debe agitar el mismo antes de tomar la muestra, ya que, de no hacerlo, parte del contenido puede haber sedimentado. Si lo que se busca se encuentra principalmente en una fracción del sistema, el resultado, por preciso y exacto que fuera el método de análisis, informará una cantidad inferior.

Además, para el caso de la microbiología, se da la circunstancia de que es relativamente fácil que el proceso de muestreo contamine la muestra (si los recipientes y utensilios no son estériles) aportándole microorganismos que no se encontraban presentes antes de la medición. También puede ocurrir que el proceso de muestreo favorezca el crecimiento de un microorganismo frente a otros.

1.2.6 Toma de muestras con características especiales

- Toma de muestras de productos a granel líquidos.

En los productos a granel líquidos basta con mezclar bien y tomar la muestra del líquido homogeneizado. Si el producto por muestrear tiene salida por un conducto se desechan las primeras porciones antes de tomar la muestra.

- Toma de muestras de aguas.

Las muestras serán recogidas en un recipiente estéril en un punto de muestreo representativo.

- Transporte y conservación de las muestras.

El adecuado transporte y conservación de las muestras se consigue cumpliendo una serie de requisitos:

- El tiempo transcurrido entre la toma de muestra y el comienzo del análisis en el laboratorio debe ser lo más corto posible.
- Toda muestra debe estar correctamente identificada.
- Deben seguirse todas las precauciones necesarias para preservar la representatividad de la muestra. Esto significa que: deben evitarse contaminaciones de las muestras durante su transporte y almacenamiento; deben evitarse sobrecrecimiento de microorganismos; esto es especialmente importante en aquellas muestras destinadas a realizar recuentos de gérmenes (orina, agua, leche, etc.). La refrigeración es un método útil, pero sólo por tiempo limitado.
- Deben conocerse las características de la muestra para evitar su transporte y conservación inadecuados. Es decir, evitar condiciones de temperatura, radiación, etc, que favorezcan la transformación de la muestra: descomposición, cambio de fase, reacciones químicas, crecimiento biológico, etc.
- Los envases utilizados y su manipulación deben evitar derrames que pueden llegar a ser muy peligrosos. Los recipientes deben, por tanto, ser herméticos y mecánicamente resistentes. Debe evitarse cuando sea posible el empleo de envases de vidrio.

1.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 3 matraces aforados de 250 mL
- 1 piseta con agua destilada
- 3 vasos de 250 mL
- 1 espátula
- 1 pipeta
- 1 propipeta
- 3 envases de plástico o vidrio inertes al agua de 1.5 L con tapones del mismo material que proporcionen cierre hermético
- Etiquetas de papel
- Tiras de papel pH
- 1 termómetro

EQUIPO

- Balanza analítica

REACTIVOS

- Ácido sulfúrico 1M H₂SO₄
- Ácido nítrico 1M AgNO₃
- Ácido Clorhídrico 1M (HCl)
- Agua destilada

1.4 Procedimiento

1.4.1 Plan de muestreo

Realizar un plan de trabajo en el que se establezcan:

- Puntos de muestreo. (Elegir los puntos de muestreo con ayuda de su profesor).
- Análisis de campo.
- Análisis de laboratorio.
- Preservación de muestra.
- Horarios de muestreo.
- Lista de verificación de todos los documentos (Hoja de campo, Bitácora, cadena de custodia, etc.) equipos, materiales y reactivos necesarios.

1.4.2 Preparación de envases para toma de muestras

Para el análisis fisicoquímico, los envases de vidrio o plástico se limpian enjuagándolos varias veces con agua destilada y manteniéndolos después de 12 a 24 horas con una solución de HCl [1M]. Posteriormente, se enjuagarán con agua destilada hasta eliminar las trazas de ácido presentes (el ácido usado puede reutilizarse para varios lavados). No usar detergentes en el lavado de material, debido a su capacidad de absorberse sobre las paredes y su posterior dificultad de eliminación. Es preferible proceder a lavados con mezcla crómica (ácido sulfúrico y dicromato potásico) que en general suelen ser más drásticos y efectivos. Se recomienda que los recipientes empleados en la toma de muestras de agua destinada para análisis de grasas sean finalmente lavados con algún disolvente de las grasas, como el freón usado en el posterior análisis, para retirar las últimas trazas. En muestras para análisis de plaguicidas se puede enjuagar el recipiente con hexanos o similares.

1.4.3 Identificación de las muestras

Para la identificación de las muestras deben etiquetarse los frascos y envases con la siguiente información:

- Número de registro para identificar la muestra.
- Fecha y hora de muestreo.

Para el control de la muestra debe llevarse un registro en bitácora con los datos indicados en la etiqueta del frasco, así como la siguiente información:

- Identificación del punto o sitio de muestreo.
- Temperatura ambiente y temperatura del agua, (llevar un termómetro).
- pH, (llevar tiras de papel pH).
- Presencia de cloro residual, (inspeccionar el olor y color del agua)
- Tipo de análisis a efectuar, técnica de preservación empleada.
- Observaciones relativas a la toma de muestra, y en su caso, nombre de la persona que realiza el muestreo.

Finalmente, almacenar y preservar la muestra, de acuerdo a los datos de a tabla 1.1.

Tabla 1.1: Condiciones necesarias para el transporte y conservación de la muestra en función del parámetro a evaluar

Parámetro	Número de recipientes	Material de recipiente	Volumen mínimo del recipiente (mL)	Preservación de las muestras
DQO	1	Vidrio	500	Con H ₂ SO ₄ para un pH ≤ 2
Metales pesados	1	Polietileno o Vidrio	1000	Con HNO ₃ para un pH ≤ 2
Fisicoquímicos *	2	Poliestireno	2000	Sin preservadores

1.4.4 Muestreo y preparación de muestras

- Lavar y secar el material siguiendo los pasos que se han indicado en la información de los antecedentes.
- Preparar las soluciones de ácidos y reactivos para la elaboración de la práctica de la siguiente manera: realice los cálculos de acuerdo con el ácido sulfúrico disponible para preparar 250 mL de una solución 1M. Recuerde agregar una pequeña cantidad de agua en el matraz (1) aforado de 250 mL, agregar agua destilada y posteriormente la cantidad necesaria de ácido sulfúrico. Recuerde usar el equipo de protección necesario.
- Aforar con agua destilada hasta 250 mL, agitar (para homogeneizar la muestra).
- Verter la muestra en un frasco de 250 mL, etiquetarlo y cerrarlo.
- En el segundo matraz de 250 mL se prepara la segunda solución ácida. Realice los cálculos necesarios para determinar la cantidad de HCl de acuerdo al reactivo disponible. Agregue una pequeña cantidad de agua destilada al matraz de 250 mL y posteriormente la cantidad calculada de ácido clorhídrico.
- Aforar con agua destilada hasta obtener 250 mL, agitarlo.
- Verter la muestra en una botella de 2 L, etiquetar y cerrar.

- En el tercer matraz aforado de 250 mL, agregue una pequeña cantidad de agua y posteriormente la cantidad necesaria de HNO_3 (De acuerdo con el reactivo disponible) para obtener 250 mL de una solución 1M.
- Aforar con agua destilada hasta obtener 250 mL de la muestra, agitar.
- Verter la muestra en la botella de plástico de 250 mL, al término, las tres botellas se ponen en un lugar seguro dentro del laboratorio para que no se presente alguna alteración a la muestra.

1.5 Resultados

- Elaborar una bitácora basada en los criterios de muestreo en la que realice su reporte, cadena de custodia y observaciones.
- Recolectar las evidencias de cómo se realizó el muestreo.
- Determinar el tipo de muestreo y explique porqué se seleccionó.
- En un mapa de la UAM-I, ubicar todos los registros de agua y entregar junto con el informe de la práctica por equipo.

Los resultados obtenidos al momento de realizar el muestreo se presentarán en la tabla 1.2. La naturaleza y localización de las muestras puede cambiar, de acuerdo a las muestras convenidos entre alumnos y profesor.

Tabla 1.2 Datos de muestreo

Muestra	Reactivo	Zona de muestreo	Hora	Fecha	Temperatura (°C)	pH
Agua de lluvia						
Agua del lago de Chapultepec (superficie)						
Agua del lago de Chapultepec (profundidad)						
Agua de la PTAR-UAM-I						
A sugerencia, se podrán incluir otras muestras.						

1.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

1.7 Cuestionario

1. ¿Qué es un proceso de muestreo?
2. Mencione los cuidados esenciales para evitar contaminación de muestras.
3. De acuerdo con lo realizado en la práctica, ¿Qué equipo de seguridad y protección recomienda para esta práctica?
4. Proponga un sistema de muestreo para determinar las características del agua potable de su colonia/municipio.
5. Proponga un sistema de muestreo para determinar las características del agua potable en la UAM.

Bibliografía

Medina J., Rodríguez C., Moreno K., Calixto M. (2014). Manual de prácticas de laboratorio de química ambiental I. *Práctica 1. Muestreo y preparación de la muestra*. Departamento de bioingeniería. UPIBI-IPN. Pág 7-11.

Pérez C., León F., Delgadillo G. (2013). Tratamiento de aguas. Manual de laboratorio. *Práctica 1. Caracterización física un agua potable residual*. UNAM-FES CUAUTITLÁN. Pág 23-32.

Giraldo, Gloria *Manual de análisis de aguas*. Universidad de Colombia, 1995, Colombia, Páginas 160. 1.

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

NMX-AA-003-1980 Aguas Residuales.- Muestreo.

NMX-AA-014-1980. Cuerpos receptores - Muestreo.

NOM 014-SSA1-1993, Procedimientos sanitarios para el muestreo de agua para uso y consumo humano en sistemas de abastecimiento de agua públicos y privados.

NOM-BB-14 "Clasificación y Tamaños Nominales para Utensilios de Vidrio Empleados en Laboratorio".

Standard Methods for the Examination of Water of Wastewater. Seventeenth Edition. APHA. AWWA. WPCF.

Norma Oficial Mexicana Nom-110-SSA1-1994, Bienes y Servicios. Preparación y dilución de muestras de alimentos para su análisis microbiológico.



A criterio del profesor la práctica se puede dividir en dos partes: a) preparación de muestras y b) actividades experimentales.

2. Caracterización física de agua potable y residual

2.1 Objetivos

- Realizar la determinación de diferentes parámetros físicos a tres muestras de agua.

Objetivos específicos:

- Determinar el valor de diferentes parámetros físicos en una muestra de agua.
- Identificar los distintos tipos de sólidos presentes en el agua.
- Analizar y relacionar los parámetros obtenidos con la normatividad existente.

2.2 Introducción

El agua es considerada el disolvente universal, debido a que es capaz de disolver o dispersar una gran variedad de sales, minerales y elementos con las que entra en contacto, sean estos sólidos, líquidos o gases, y a su vez, formar con ellos iones, complejos solubles e insolubles, coloides o partículas dispersas de diferente tamaño y peso. La presencia de sustancias químicas disueltas e insolubles en el agua (de origen natural o antropogénico) define su composición física y química. Las características físicas del agua son las que se pueden detectar a través de los sentidos (vista, olfato, etc.), tienen directa incidencia sobre las condiciones estéticas y de aceptabilidad del agua. Considerando los más importantes:

- Turbidez
- Sólidos solubles e insolubles
- Color
- Olor
- Temperatura
- pH
- Conductividad

El agua residual o contaminada contiene una gran variedad de materiales sólidos, su determinación es fundamental en la etapa de caracterización, ya que permite evaluar la eficiencia del tratamiento físico o biológico (la velocidad de degradación biológica), así como para saber si se cumple con los límites de vertido.

Entre los tipos de sólidos se clasifican:

Sólidos Totales (ST): Permanecen después de la evaporación y equivalen a la suma de los sólidos suspendidos totales, sales disueltas y materia orgánica. Determinan la clase de operación o proceso más apropiado para su tratamiento.

Sólidos Totales Disueltos (STD): Constituido por sales que no pueden ser separadas, comprende coloides y sustancias orgánicas e inorgánicas solubles en agua y que no son retenidas en el material filtrante.

Sólidos Suspendidos Totales (SST): Constituidos por sólidos sedimentables, sólidos y materia orgánica en suspensión y/o coloidal, que son retenidas en el elemento filtrante.

Sólidos Volátiles (SV): Se interpreta en términos de materia orgánica, aunque es inexacta por pérdida de ciertas sales minerales.

Sólidos Sedimentables (SS): Se depositan por gravedad.

Uno de los parámetros más importantes son los sólidos solubles e insolubles, sin embargo, existe una clasificación más amplia respecto a ellos.

2.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 1 matraz kitazato de 500 mL
- 4 cápsulas de porcelana chicas
- Pinzas para cápsula
- Espátula
- Vasos de plástico (estudiantes)
- Tubos para centrifuga (profesor)
- Papel filtro
- 2 filtros de fibra de vidrio de 24 mm
- 1 probeta de 50 mL
- 1 pipeta de 10 mL
- 1 embudo de filtración rápida
- 1 caja Petri
- 1 soporte universal
- 1 anillo para soporte
- 1 agitador de vidrio
- 1 piseta

EQUIPO

- Potenciómetro
- Parrilla de calentamiento

REACTIVOS

- Soluciones amortiguadoras
- Agua destilada
- Agua desionizada
- Agua residual (Lago de Chapultepec, estudiantes)
- Agua PTAR UAM-I
- Espectrofotómetro

- Agitador magnético
- 1 propipeta
- Tiras para determinar pH

2.4 Procedimiento

Antes de comenzar la práctica, pedir y lavar correctamente el material. Realizar el procedimiento de secado de todo el material. Una vez que todo el material esté seco, pesar los filtros (sin tapón) y las cápsulas de porcelana. Posteriormente, con ayuda del profesor calibrar el espectrofotómetro (Figura 2.1) a $\lambda = 364 \text{ nm}$.



Figura 2.1: Fotografía del espectrofotómetro del laboratorio de Docencia

2.4.1 Determinación de Sólidos

Determinación de Sólidos Totales (ST)

- Realizar el siguiente procedimiento:
- Tomar 10 mL de agua de la llave y colocarla en una cápsula de porcelana.
- Colocar la cápsula en la parrilla para que se seque la muestra.
- Una vez evaporada el agua, colocar en el horno a una temperatura de 105 °C durante 1 hora para después dejar enfriar por 10 minutos.
- Finalmente, pesar la cápsula en la balanza analítica.



Figura 2.2: Equipo necesario para la determinación de sólidos en muestras de agua, a) balanza analítica, b) Parrilla y c) Mufla.

Calcular los sólidos totales de acuerdo con la siguiente fórmula.

$$ST = (G1 - G) * 1000/V \quad (2.1)$$

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 y V es el volumen de la muestra en mL.

Realizar el mismo procedimiento para la muestra de agua potable.

Determinación de Sólidos Totales Disueltos (STD)

- Colocar 10 mL de agua de lluvia en la probeta para después colocarla en el soporte universal y filtrar.
- Una vez filtrada, colocar la muestra de agua en una cápsula de porcelana.
- Calentar a la parrilla, hasta observar que no hay líquido en la cápsula.
- Llevar al horno durante 1 hora y dejar enfriar durante 15 minutos para poder pesarlo en la balanza analítica.
- Calcular la cantidad de sólidos totales disueltos de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$STD = (G4 - G3) * 1000 / V \quad (2.2)$$

donde:

STD son sustancias solubles no retenidas en mg/L, G4 es el peso de la cápsula con el residuo después de la evaporación en mg, G3 es el peso de la cápsula vacía en mg a peso constante, V es el volumen de la muestra en mL.

Sólidos Volátiles

- Transferir 20 mL de muestra de agua en una cápsula de porcelana de peso conocido y constante.
- Calentar la cápsula en la parrilla hasta sequedad y evitando proyecciones.
- Introducir la cápsula al horno a 105 °C por 1 hora.
- Dejar enfriar la cápsula en el desecador durante 15 min. Registrar el peso.
- Meter la cápsula a la mufla a 550 °C por 1 hora.
- Dejar enfriar la cápsula en el desecador por 15 min. y registrar el peso.



Figura 2.3: Peso de la cápsula de porcelana

$$SV = (G1 - G2) * 1000 / V \quad (2.3)$$

donde:

SV es la materia orgánica total en mg/L, G1 es el peso de la cápsula con el residuo después de la evaporación en mg, G2 es el peso de la cápsula con el residuo después de la calcinación en mg, V es el volumen de la muestra en mL.

NOTA: Conservar las cápsulas empleadas en la determinación de “sólidos totales” y “sólidos volátiles” para utilizarla en la determinación de la Dureza del Agua (Práctica #3).

Sólidos suspendidos totales (SST)

- Medir 1 mL de muestra de agua y 10 mL de agua destilada para realizar una dilución 1:10 (v:v).
- Pesar los filtros, armar el kitazato con el filtro para filtrar la muestra al vacío.
- Una vez concluida la filtración, introducir al horno los filtros durante 1 hora para después dejar enfriar durante 5 minutos y volver a pesar.
- Repetir lo anterior con la muestra de agua de la llave.

$$SST = (G6 - G5) * 1000 / V \quad (2.4)$$

SST son los sólidos suspendidos totales en mg/L, G5 es el peso del filtro de fibra de vidrio en mg, G6 es el peso del filtro de fibra de vidrio y el residuo seco en mg, V es el volumen de la muestra en mL.

Adicionalmente, realizar la medición de absorbancia con el espectrofotómetro de Ultravioleta-visible (UV-vis) de cada una de las muestras. Nota: El profesor indicará el funcionamiento del equipo.

2.4.2 Mediciones de otras propiedades de las muestras:

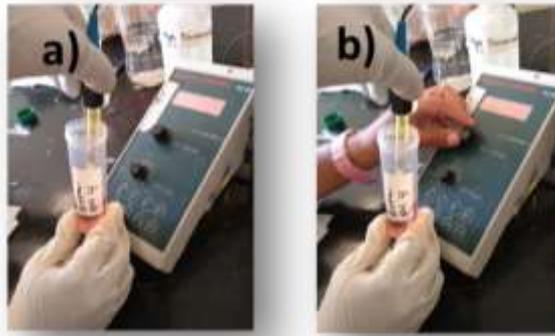


Figura 2.4: Proceso de calibración del potenciómetro: a) Colocado del electrodo, b) variación del potencial. Nota: Dependiendo del modelo el proceso puede variar

Determinación de pH y conductividad

- Calibrar el potenciómetro con soluciones buffer de pH = 4, 7 y 10.
- Para el conductímetro, calibrar la medida con solución 0.01 M de KCl, de forma que se realizarán tres lavados, posteriormente se utilizarán soluciones de 0.53 g y 0.51 g para tener una medición más exacta.
- Una vez realizada la calibración, medir cada una de las muestras. No olvide enjuagar el electrodo con agua destilada cuando mida diferentes muestras.

Determinación de Turbidez.

- Calibrar el turbidímetro.
- Enjuague 2 veces el frasco del turbidímetro con su muestra de agua.
- Colocar 10 mL de muestra en el frasco correspondiente al equipo.
- Limpiar el frasco con la franela correspondiente al equipo para eliminar interferencias en la lectura y colocarlo haciendo coincidir la flecha del equipo con la línea del frasco y registrar su lectura en NTU.
- Enjuagar el frasco con agua destilada.

2.5 Resultados

Registrar en una tabla los resultados obtenidos por el grupo para su análisis

- Sitio de muestreo.
- Temperatura (°C)
- pH.
- Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)
- Turbidez (NTU)
- ST (mg/L)

- SV (mg/L)
- STD (mg/L)
- SST (mg/L)
- SS (mg/L)
- Calcular el contenido de sales disueltas totales de las muestras y reportar los resultados en mg/L.
- Comparar con los valores reportados en la normatividad vigente aplicable con reportes de cuerpos de agua con condiciones similares o bibliografía.
- Describir la relación existente entre los parámetros determinados.

Tabla 2.1 Datos de sólidos totales

Muestra	Reactivo	Zona de muestreo	Hora	Fecha	Temperatura (°C)	pH
Agua de lluvia	H ₂ O					
Agua del lago de Chapultepec (superficie)	H ₂ O					
Agua del lago de Chapultepec (profundidad)	H ₂ O					
Agua de la PTAR UAM-I	H ₂ O					

Tabla 2.2 Datos de sólidos totales disueltos

Muestra	Reactivo	Zona de muestreo	Hora	Fecha	Temperatura (°C)	pH
Agua de lluvia	H ₂ O					
Agua del lago de Chapultepec (superficie)	H ₂ O					
Agua del lago de Chapultepec (profundidad)	H ₂ O					
Agua de la PTAUAM-I	H ₂ O					

Tabla 2.3 Datos de sólidos suspendidos totales

Muestra	Reactivo	Zona de muestreo	Hora	Fecha	Temperatura (°C)	pH
Agua de lluvia	H ₂ O					
Agua del lago de Chapultepec (superficie)	H ₂ O					
Agua del lago de Chapultepec (profundidad)	H ₂ O					
Agua de la PTAR-UAMI	H ₂ O					

Tabla 2.4 Datos de los diferentes tipos de agua

Muestra	Reactivo	Zona de muestreo	pH	Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)
Agua de lluvia	H_2O				
Agua del lago de Chapultepec (superficie)	H_2O				
Agua del lago de Chapultepec (profundidad)	H_2O				
Agua de la PTAUAM-I	H_2O				

1.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

Elabore gráficas de barras donde se comparen las propiedades de las muestras analizadas. Explique las diferencias.

Determine la cantidad de sólidos disueltos, volátiles y sedimentables como porcentaje de los sólidos totales.

1.7 Cuestionario

1. Explique de forma concisa la diferencia entre sólidos totales, disueltos, volatilizables y sedimentables.
2. Explique cómo esta prueba podría ayudar a determinar el grado de contaminación del cuerpo de agua analizado.
3. ¿Existe una relación entre sólidos y pH de las muestras?
4. ¿Existe alguna relación entre turbidez y contenido de sólidos?
5. Investigue si la presencia de sólidos volátiles está relacionada con algún tipo específico de contaminantes.

Bibliografía

Juárez, J. M, Franco, H. M, Ascencio, R. V. Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Ambiental I, UPIBI, IPN. México. **2008**.

APHA. AWWA. WPCF. Standard Methods for the Examination of Water of Wastewater. Seventeenth Ed.

Vargas, Lidia. Tratamiento de agua para consumo humano. Plantas de filtración rápida. Manual I: Teoría. Tomo II. Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente. Perú. **2004**.

Crites, R. Tchobanoglous, G. Tratamiento de aguas residuales en pequeñas poblaciones. Mc. Graw Hill. Colombia. **2004**.

NMX-AA-004-SCFI-2000. Análisis de agua. Determinación de sólidos Sedimentables en aguas naturales, residuales y Residuales tratadas - Método de prueba.

NMX-AA-034-SCFI-2001. Análisis de agua. Determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – Método de prueba.



La práctica puede ser realizada en solo una sesión si los reactivos y aparatos se preparan con antelación.

3. Determinación del color real y aparente: Purificación con Carbón activado

3.1 Objetivos

- Aprender los fundamentos fisicoquímicos del método de determinación de color por medio de un espectrofotómetro UV-Vis.
- Determinación del color verdadero y aparente de diferentes muestras de agua con base en el método espectrofotométrico.
- Realizar un proceso de clarificación de agua a través de la técnica de carbón activado.
- Determinar la capacidad de adsorción del carbón activado para cada efluente a probar.

3.2 Introducción

El color en el agua puede tener origen orgánico o inorgánico, puede ser ocasionado por iones metálicos (hierro, manganeso, etc.), humus, lodo, arcilla o residuos industriales. Tal coloración debe ser eliminada del agua para usos generales o industriales. Las aguas residuales industriales suelen requerir la supresión de color antes de su desagüe.

La determinación se debe hacer lo más pronto posible, ya que la actividad biológica puede cambiar las características del color. Cuando no es posible realizar la medición inmediatamente, la muestra se debe refrigerar por un máximo de 24 horas a 4 °C.

La turbidez, aún en pequeñas concentraciones, hace que el color aparente sea mayor que el color verdadero. Para determinar el color verdadero se debe eliminar la turbidez.

El color depende del pH, al incrementarse el pH se aumenta la coloración; por esto debe reportarse el pH al que se realice el análisis. El color es una propiedad física que indirectamente describe el origen y las propiedades del agua. La coloración del agua indica la posible presencia de óxidos metálicos, como puede ser el óxido de hierro, el cual da al agua un color rojizo.

Cuando se hace un análisis de las aguas residuales, es necesario determinar dos tipos de color: aparente y verdadero.

El color aparente es aquel que es proporcionado por la materia disuelta o partículas en suspensión. El color verdadero o real es el que se presenta después de que la muestra es sometida a procesos de filtración o centrifugación, para la eliminación de la turbidez; esto es primordial para llevar a cabo el método del espectrofotómetro.

Otro método utilizado es la conductividad eléctrica, un parámetro fundamental para el análisis de las aguas residuales, indicando la materia ionizable total presente en la muestra. La conductividad en el agua pura es mínima mientras que en el agua residual varía dependiendo de las propiedades que llegue a tener y la concentración de materia ionizable.

Para el agua pura los valores respectivos son de $18.24 \mu\Omega/\text{cm}$ y $0.05483 \mu\text{s}/\text{cm}$ a 25°C .

3.2.1 Fundamento de la espectrofotometría

La espectrofotometría es uno de los métodos de análisis más usados, y se basa en la relación que existe entre la absorción de luz por parte de un compuesto y su concentración. Cuando se hace incidir luz monocromática (de una sola longitud de onda) sobre un medio homogéneo, una parte de la luz incidente es absorbida por el medio y otra transmitida, como consecuencia la intensidad del haz de luz es atenuada desde P_0 a P , siendo P_0 la intensidad de la luz incidente y P la intensidad del haz de luz transmitido. Cada sustancia tiene su propio espectro de absorción, el cual es una curva que muestra la cantidad de energía radiante absorbida. A una determinada longitud de onda, cada sustancia absorbe una cantidad de radiación que es distinta a la que absorbe otro compuesto.

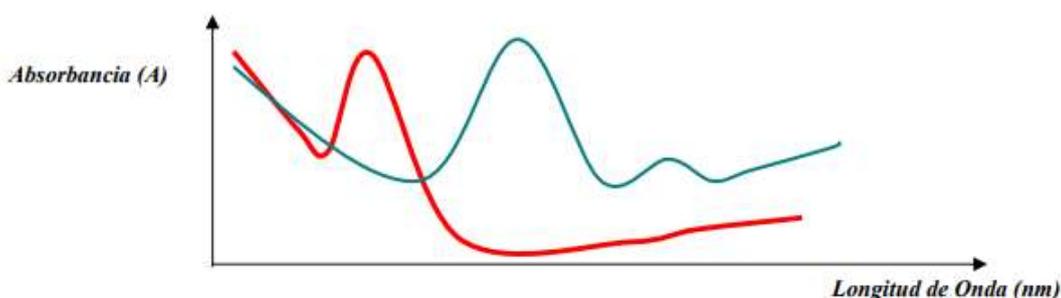


Figura 3.1 Espectro de absorción representativo en UV-Vis de dos sustancias diferentes (línea roja representa un efecto hipsocrómico y la línea verde representa un efecto batocrómico).

La naturaleza del espectro de absorción está regida por las siguientes leyes:

- Ley de Lambert-Beer: Esta ley establece que cuando pasa luz monocromática por un medio homogéneo, la intensidad de la luz transmitida disminuye exponencialmente al aumentar el espesor del medio absorbente.

- Ley de Beer: La intensidad de un haz de luz monocromática disminuye exponencialmente al aumentar aritméticamente la concentración de la sustancia absorbente, cuando este haz pasa a través de un medio homogéneo.
- Transmitancia (T): Es la razón entre la luz monocromática transmitida (P) por una muestra y la energía o luz incidente (Po) sobre ella. Tanto la energía radiante incidente como la transmitida deben ser medidas a la misma longitud de onda.

$$T = P / P_0 = 10^{-abc} \quad (3.1)$$

$$\%T = 100 P / P_0 \quad (3.2)$$

donde:

a: Absorcividad, **b:** Longitud o espesor del medio (longitud de la cubeta)

c: Concentración de la solución

P/P₀ = T: Transmitancia

Se acostumbra a considerar la transmitancia como la razón de la luz transmitida por la muestra y la luz transmitida por un estándar arbitrario. Este estándar puede ser el líquido (disolvente) en que está disuelta la muestra, aire, blanco analítico (solución que contiene todos los componentes de la solución problema menos la sustancia problema) u otra sustancia elegida arbitrariamente.

Absorbancia (A): Se define como la cantidad de energía radiante absorbida por una sustancia pura o en solución. Matemáticamente corresponde al logaritmo negativo de la transmitancia T, transmitancia expresada como fracción decimal o transmitancia expresada como porcentaje %T.

$$A = - \log T \quad (3.3)$$

$$T = P / P_0 = 10^{-abc} \quad (3.4)$$

$$A = - \log (P / P_0) = - \log (10^{-abc}) \quad (3.5)$$

3.2.2 Cromaticidad de un color

Debido a que el ojo humano tiene tres tipos de células receptoras de color, que se estimulan ante distintos rangos de longitud de onda, una carta completa de todos los colores visibles es realmente una figura tridimensional. De esta forma, el concepto de color puede ser dividido en dos partes: brillo y cromaticidad. Por ejemplo, el color blanco es un color brillante, mientras que el gris es considerado como una forma menos brillante del mismo blanco. En otras palabras, la cromaticidad del blanco y el gris es equivalente, y lo que difiere es su luminosidad o brillo.

El espacio CIE XYZ fue deliberadamente diseñado, de tal manera que el parámetro Y es una medida del brillo o luminosidad de un color. La cromaticidad de un color se determina luego a través de dos parámetros derivados x e y , dos de los tres valores normalizados, en función de los tres valores X , Y y Z .

$$z = \frac{X}{X+Y+Z} \quad (3.6)$$

$$y = \frac{Y}{X+Y+Z} \quad (3.7)$$

$$z = \frac{Z}{X+Y+Z} = 1 - x - y \quad (3.8)$$

3.2.3 Carbón Activado

El carbón activado o carbón activo es carbón poroso que atrapa compuestos, principalmente orgánicos, presentes en un gas o en un líquido. Lo hace con tal efectividad, que es el material purificante más utilizado por el ser humano.

Los compuestos orgánicos se derivan del metabolismo de los seres vivos, y su estructura básica consiste en cadenas de átomos de carbono e hidrógeno. Entre ellos se encuentran todos los derivados del mundo vegetal y animal, incluyendo el petróleo y los compuestos que se obtienen de él.

La materia orgánica natural (MON) está constituida principalmente por sustancias húmicas (SH), que son estructuras de alto peso molecular. Estos compuestos se forman como resultado de la “elutriación” del suelo, así como por reacciones microbiológicas, químicas y fotoquímicas que ocurren en el agua debido a la presencia de algas y subproductos de origen vegetal y animal. Las aguas naturales contienen entre 2 y 10 mg/L de carbono orgánico disuelto. Algunos de los problemas que ocasionan estas sustancias son bioacumulación, competitividad con contaminantes clave (plaguicidas), efectos carcinogénicos y mutagénicos resultantes de su reacción con el cloro. Debido al riesgo a la salud que presentan los subproductos de cloración de la materia orgánica, es necesaria su eliminación en los trenes de tratamiento de agua potable producida, a partir de fuentes de abastecimiento contaminadas con estos compuestos. La eliminación de estas sustancias no es fácil debido a que presentan características recalcitrantes. Dentro de los procesos más eficientes para remover MON se encuentra el proceso de adsorción con carbón activado en granos. Este proceso es ampliamente utilizado en plantas de tratamiento de aguas residuales y naturales para reúso y potabilización.

En el caso de alimentos envasados, el muestreo consiste en tomar un pequeño número de muestras de cada lote o remesa, elegidas de modo que estas muestras sean representativas del total. El muestreo se basa en la suposición de que todas las muestras del mismo lote son similares por haber sufrido un trato igual. Sin embargo, hay que tener presente que a veces una unidad estropeada puede escapar al muestreo, aunque esto sucede sólo en pocos casos. En el caso de alimentos no envasados, consistirá en tomar una porción de una manera aséptica y en el caso de aguas, tomar un volumen determinado, también de forma aséptica.

3.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- Tubos para centrífuga
- 1 agitador magnético
- 2 cristalizadores
- 5 vasos de precipitados 100 mL
- 5 vasos de precipitados 250 mL
- 2 embudos filtración rápida
- 1 soporte universal
- papel filtro # 2
- 2 espátulas (espátula pequeña y grande)
- papel absorbente para secar
- 2 anillos metálicos
- 2 celdas
- 3 mangueras para agua
- 2 probetas de 100 mL
- 4 Tubos Falcon de 25 mL
- 4 Pinzas para matraz

EQUIPO

- 1 balanza Analítica
- 2 parrillas eléctricas
- 1 espectrofotómetro UV-vis
- 1 equipo de destilación
- Espectrofotómetro
- Centrífuga

REACTIVOS

- Carbón activado
- Muestras de agua
- Agua destilada



3.4 Procedimiento

Antes de realizar la práctica verificar que el material este limpio y seco.

3.4.1 Determinación del color aparente

- Llenar los tubos de la Centrífuga, uno con cada muestra de agua, con un peso específico (todos los tubos que se vayan a centrifugar deberán de tener el mismo peso).
- Centrifugar durante 5 minutos a $1000 \frac{rev}{min}$ las muestras de agua, para eliminar los sólidos en suspensión.
- Separar el sobrenadante de la muestra y verterlo en las celdas limpias del espectrofotómetro.
- Determinar los valores de transmitancia de la muestra, variando la longitud de onda desde 400 nm hasta 700 nm y calibrando con un blanco de agua destilada para cada medición.
- Tabular los valores de transmitancia correspondientes a las longitudes de onda mostradas en las columnas X, Y y Z de la tabla. Totalizar cada columna de transmitancia y multiplicar los totales por los factores adecuados que figuran en la parte

baja de la tabla, para obtener valores triestímulo X, Y y Z (el valor triestímulo de Y corresponde al % de Luminancia).

3.4.2 Determinación del color verdadero

- En un tubo (1) Nessler para centrífuga, agregar 10 mL de agua destilada y pesarlo.
- En el tubo (2) agregar 10 mL de muestra clara y pesarla hasta alcanzar el mismo peso que el tubo (1).
- En el tubo (3) agregar 10 mL de la muestra oscura, pesar hasta tener un peso similar al tubo (1).
- En el tubo (4) agregar 10 mL de agua de la llave, pesar hasta obtener el peso del tubo (1).
- Una vez pesadas etiquetar y meter a la centrifugadora.
- Centrifugar durante 5 minutos a 1000 rpm las muestras de agua para eliminar sólidos en suspensión.
- Separar una muestra del tubo (1) y verterlo casi $\frac{3}{4}$ en la celda limpia del espectrofotómetro. (Limpiar antes con agua destilada).
- Tabular los valores de transmitancia correspondientes a las longitudes de onda mostradas en las columnas X, Y y Z de la tabla.
- Totalizar cada columna de transmitancia y multiplicar los totales por los factores adecuados que figuran en la parte baja de la tabla, para obtener valores triestímulo X, Y y Z (el valor triestímulo de Y corresponde al % de Luminancia).

Se utilizarán estas fórmulas para la determinar el valor de onda dominante:

$$(\sum X) (fX) = \hat{X} \quad (3.9)$$

$$(\sum Y) (fY) = \hat{Y} \quad (3.10)$$

$$(\sum Z) (fz) = \hat{Z} \quad (3.11)$$

Donde:

$$(fX) = 0.09806 \quad (fY) = 0.10000 \quad (fZ) = 0.11814$$

Localizar el punto (x,y) en el diagrama de cromaticidad y determinar la longitud de onda en nm. y la pureza en %, directamente a partir del diagrama.

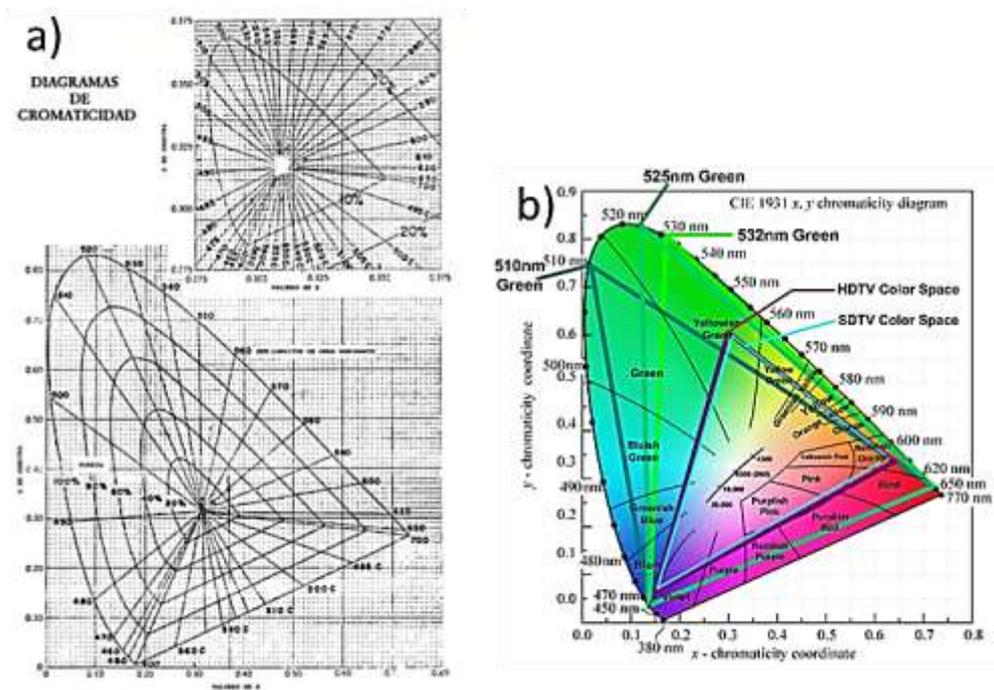


Figura 3.2: Diagramas de cromaticidad. A) Diagrama general, b) Diagrama donde se muestran los colores predominantes

Tabla 4.1: Márgenes de longitud de onda y matiz

Margen de longitud de onda (nm)	Margen de longitud de onda (nm)
400 - 465	Violeta
465 - 482	Azul
482 - 497	Azul verdoso
497 - 530	Verde
530 - 575	Amarillo verdoso
575 - 580	Amarillo
580 - 587	Anaranjado amarillento
587 - 598	Anaranjado
598 - 620	Anaranjado rojizo
620 - 700	Rojo

Con base en la tabla 4.1 se determina la tonalidad a partir del valor de onda.

3.4.3 Purificación con carbón activado.

- Se realiza una purificación con carbón activado con las diferentes muestras de agua.
- Se mide la absorbancia a 604 nm de cada muestra.
- Se pondrán las Parrillas a una temperatura entre 80 y 90 °C.
- Utilizando 100 mL de cada muestra, se coloca cada una en matraces bola de 250 mL.
- Las muestras se ponen a reflujo, se agrega lo correspondiente a la punta de una espátula grande de carbón activado. Se debe asegurar que después de colocar el carbón la Parrilla esté prendida y los agitadores giran dentro de los matraces.
- Se ponen a reflujo. Para que el sistema tenga una temperatura homogénea se les coloca enchaquetado de fibra de vidrio.

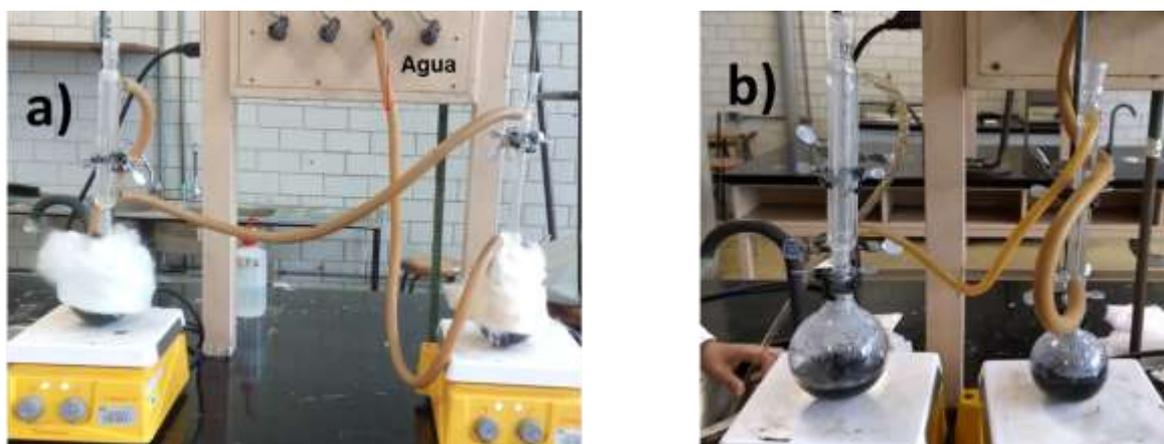


Figura 3.3: Sistemas de reflujo para muestras con carbón activado, a) enchaquetado de fibra de vidrio, b) sistema en la etapa de agitación sin calentamiento.

- Cuando comienza el reflujo, se remueve el enchaquetado de fibra de vidrio.
- Se deja el reflujo por una hora.
- Pasado ese tiempo se disminuye la temperatura en el sistema, pero no la agitación; las muestras se filtran con el embudo y papel filtro.
- Se vacía la muestra poco a poco en el embudo (la cantidad necesaria para evitar derrames), se vuelve a colocar en la Parrilla el matraz bola para que continúe la agitación y así sucesivamente hasta que no quede muestra en el matraz.
- Una vez transferido el contenido de los matraces, las muestras se enfrían por convección natural a temperatura ambiente.
- Se empieza a filtrar cada solución por separado con papel filtro para separar el carbón activado.

Para finalizar, se mide la absorbancia después del reflujo y los desechos sólidos se guardan en una bolsa y los líquidos en una botella para destinarlos a residuos.



Figura 3.4: Filtrado de las muestras después del tratamiento con carbon activado

3.5 Resultados

Analizar el color de las muestras de acuerdo al método gráfico, utilice la tabla 4.2 para vaciar sus datos.

Tabla 3.2: Datos del espectrofotómetro de las muestras de agua para determinar el color verdadero.

x(λ)	% Transmitancia	y(λ)	% Transmitancia	z(λ)	% Transmitancia
435.5		489.5		422.2	
461.2		515.2		432	
544.3		529.8		438.6	
564.1		541.4		444.6	
577.4		551.8		450.1	
588.7		561.9		455.9	
599.6		572.5		462	
610.9		584.8		468.7	
624.2		600.8		477.7	
645.9		627.3		495.2	
ΣX		ΣY		ΣZ	
$\Sigma X(FX)=X$ FX=		$\Sigma y(fy)=y$ fy=		$\Sigma z(fz)=z$ fz=	
$X=\frac{x}{x+y+z}$		$Y=\frac{y}{x+y+z}$		$Z=\frac{z}{x+y+z}$	

x=	y=	z=
X=	Y=	Z=

Graficar los datos de cada muestra de agua (una gráfica por muestra) y explicar los cambios ocurridos en el color.

Las absorbancias registradas antes y después del proceso de purificación con carbón activado se presentan en la tabla 4.3.

Tabla 3.3: Absorbancias antes y después de la purificación.

Muestra	Absorbancia inicial (nm)	Absorbancia final (nm)
-		
-		
-		
-		
-		
-		
-		
-		
-		
-		

3.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

1.7 Cuestionario

1. ¿Qué es el color aparente y el color real?
2. ¿Qué relación tiene el pH con el color y la turbidez de una muestra de agua?
3. ¿Qué es la longitud de onda dominante, luminancia y pureza de color?
4. Además del aparato de Hellige y espectrofotometría, ¿qué otros métodos se utilizan para medir el color en aguas potables y residuales?
5. ¿Qué relación tiene la cromaticidad con el color real de una muestra de agua?
6. ¿Discuta la importancia de las características físicas en aguas residuales?

Bibliografía

- Tratamiento de aguas_manualprac: tratamiento de aguas - UNAM, 20/02/2018, asesorias.cuautitlan2.unam.mx/fondo_editorial/.../tratamientodeaguas_manualprac.pdf

Práctica 3: Determinación del color real y aparente: Purificación con Carbón activado.

- CIE Color System, 20/02/2018, hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/vision/cie.html
- [PDF]aguas residuales - cidta, 20/02/2018, cidta.usal.es/cursos/EDAR/modulos/Edar/.../Aguas_Residuales_composicion.pdf
- La Ciencia del Agua para Escuelas: Mediciones del Agua - USGS, 20/02/2018, <https://water.usgs.gov/gotita/characteristics.html>
- Rivera O. A., R. Z. (sin fecha). *Pruebas RSSCT con Mini-columnas de Carbón Activado para Remover Materia Orgánica Natural (MON) presente en Aguas Naturales*. Recuperado el Martes 28 de Octubre de 2008, de Trabajo de Investigación de la Facultad de Ingeniería Química de la UNAM
- <https://www.carbotecnia.info/encyclopedia/que-es-el-carbon-activado/>



A criterio del profesor la práctica se puede dividir en dos partes: a) preparación de muestras y b) actividades experimentales.

4. Determinación de dureza y alcalinidad de agua

4.1 Objetivos

- Determinar la dureza total del agua por el método volumétrico del ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) y cuantificar los carbonatos presentes en el agua.
- Calcular la dureza temporal y permanente e identificar los iones que provocan la dureza en el agua.
- Verificar y analizar que los valores encontrados se encuentran por debajo de los niveles permitidos.
- Aplicación de equilibrios ácido-base para conocer el contenido de alcalinidad en aguas potables y residuales.
- Introducir el concepto de formación y estabilidad de complejos e ilustrar la aplicación analítica de este concepto en la determinación de concentraciones de calcio y magnesio (dureza del agua).
- Esta normativa técnica se utiliza para la determinación de ion calcio en aguas naturales y tratadas. También se emplea para determinar la dureza del agua correspondiente a los iones calcio.

4.2 Introducción

4.2.1 Dureza

La dureza representa la concentración de cationes metálicos multivalentes presentes en el agua. Es causada principalmente por las sales de Ca y Mg (en ese orden) y en menor grado por Al, Fe, Mn, Sr y Zn. Por la variedad de compuestos que intervienen, la dureza se expresa como una cantidad equivalente de CaCO_3 . La dureza se clasifica en carbonatada (temporal) y no carbonatada (permanente). La primera es sensible a los cambios de temperatura, precipita a altas temperaturas y equivale a la alcalinidad. Cuando el agua es "dura" significa que contiene sales incrustantes, dificulta la cocción de alimentos e impide la formación de espuma con el jabón. La dureza adquiere valores de cero a varios cientos de mg/L en función de la fuente de abastecimiento o el procesamiento que se haya dado al agua. Una muestra

de agua con menos de 75 mg/L de CaCO_3 se considera blanda, entre 75 y 150 mg/L es moderadamente dura, de 150 a 300 mg/L es dura y más de 300 mg/L es extremadamente dura. Según el pH y la alcalinidad, la dureza superior a 200 mg/L puede provocar incrustaciones, en particular, en sistemas donde circula agua caliente; mientras que una dureza inferior a 100 mg/L puede conducir a problemas de corrosión. En general, las durezas elevadas se relacionan con aguas subterráneas mientras que valores bajos son característicos de aguas superficiales.

Al proceso de eliminar la dureza se le denomina “ablandamiento” y se realiza por diferentes métodos. El más usado es la precipitación del Mg^{2+} y del Ca^{2+} con cal y carbonato de sodio para producir hidróxidos y carbonatos. Por medio del intercambio iónico se logra un ablandamiento total y con el calentamiento se elimina la dureza temporal, pero estos dos métodos se realizan casi sólo a nivel doméstico.

4.2.2 Cromaticidad de un color

La alcalinidad de un agua es su capacidad para neutralizar ácidos y constituye la suma de todas las bases titulables. El valor medido puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado. La alcalinidad es la medida de una propiedad agregada del agua y solamente puede interpretarse en términos de sustancias específicas cuando se conoce la composición química de la muestra.

La alcalinidad de muchas aguas de superficie depende primordialmente del contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, por lo que suelen tomarse como una indicación de la concentración de estos componentes. Los valores determinados pueden incluir también la contribución de boratos, fosfatos, silicatos y otras bases, cuando se hallen presentes. La alcalinidad por exceso de concentración de metales alcalinotérreos, tiene importancia para la determinación de la aceptabilidad de agua para irrigación. Las determinaciones de alcalinidad se utilizan en la interpretación y control de los procesos de tratamiento de aguas limpias y residuales. Las aguas residuales domésticas tienen una alcalinidad menor (o sólo ligeramente mayor) que la del suministro.

4.2.3 Conceptos teóricos de la metodología utilizada para medir alcalinidad

La alcalinidad se expresa como alcalinidad de fenolftaleína o alcalinidad total. Ambas formas se determinan por titulación con ácido sulfúrico. Un cambio de color por un indicador da el punto final. La titulación se hace en dos fases: alcalinidad de fenolftaleína (se titula la muestra hasta un pH de 8.3) y alcalinidad total (se titula la muestra hasta un pH de 4.5 utilizando anaranjado de metilo, bromocresol verde o una mezcla de bromocresol verde y rojo de metilo como indicadores) (Figura 4.1).

.Formas de dureza:

- Dureza Total: Mide el contenido total de iones Ca^{+2} y Mg^{+2} , se puede distinguir entre la dureza de calcio y la dureza de magnesio.

- Dureza Temporal o Carbonatada: Mide la dureza asociada a iones HCO_3^- , eliminable por ebullición, y es la diferencia entre la dureza total y la permanente.
- Dureza Permanente o no Carbonatada: Mide el contenido en iones Ca^{+2} y Mg^{+2} después de someter el agua a ebullición durante media hora, permaneciendo en el agua debido a dureza asociada a iones SO_4^{2-} , NO_3^- , OH^- .

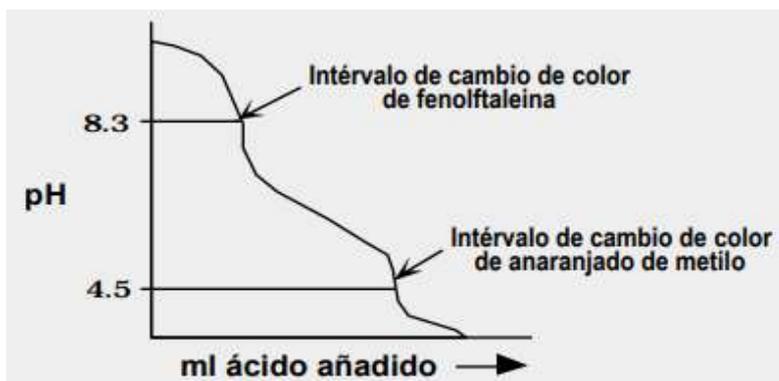


Figura 4.1: Titulación de agua para determinar alcalinidad de fenolftaleína y alcalinidad total.

4.2.3 Conceptos por revisar

- Principales procesos ácido-base en aguas naturales y residuales.
- Principales procesos de complejación en aguas naturales y residuales.

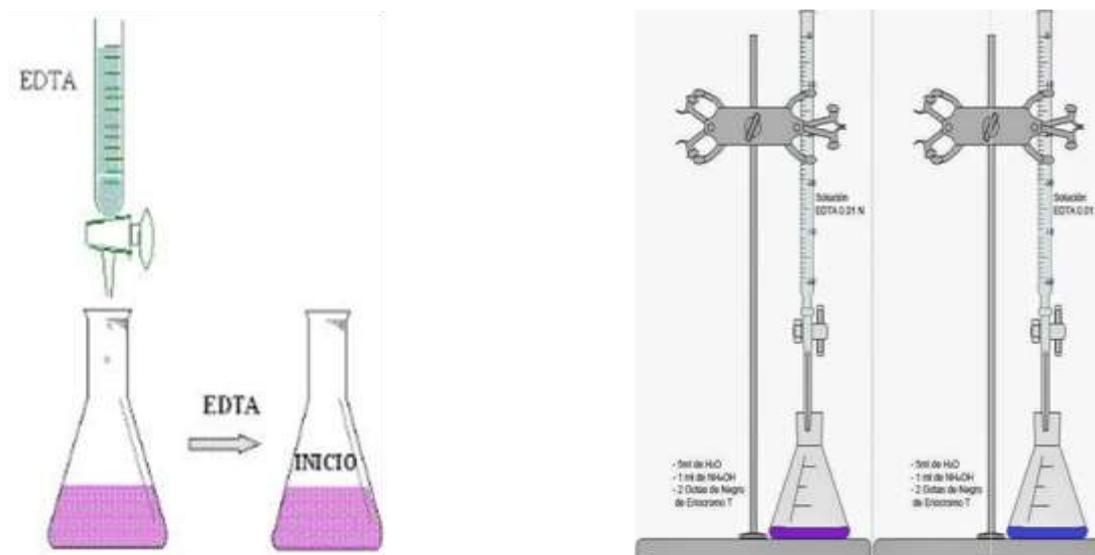


Figura 4.2: Esquema del proceso de titulación de acidez y basicidad de muestras de agua.

4.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 2 vasos de precipitados de 250 mL.
- 1 espátula
- Pinzas para bureta
- 1 probeta de 50 mL
- 1 pipeta de 10 mL
- 1 soporte universal
- 1 agitador de vidrio
- 1 piseta
- 4 matraces Erlenmeyer de 125 mL
- 2 buretas de 50 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 2 vasos de precipitado de 100 mL
- 2 matraz aforados de 500 mL
- 1 matraz aforado de 250 mL
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 propipeta

EQUIPO

- Potenciómetro
- 2 parrillas de calentamiento
- 2 agitadores magnéticos

REACTIVOS

- Soluciones reguladoras de pH = 4 y pH = 7
- Agua destilada
- Agua desionizada
- Eriocromo negro T
- Anaranjado de metilo
- Murexida
- H₂SO₄ [0.02 N]
- NaOH [0.1 N]
- NaOH [10 N]
- HCl [0.1 N]
- EDTA [0.01 M]
- Agua de lluvia
- Solución alcohólica (50:50) de fenolftaleína al 1% w
- Buffer para dureza de agua (solución amortiguadora de Cloruro-Hidróxido de Amonio): a) MgSO₄·7H₂O o MgCl₂·6H₂O; b) NH₄Cl; c) NH₄OH
- Sal disódica valorada de tal forma que se cumpla la relación: (1mL = 1mg de CaCO₃)

4.4 Procedimiento

La preparación de soluciones puede hacerse un día o dos días antes de la práctica. Se preparan las soluciones de ácidos como se mostró en la práctica 1, sólo que se cambia la concentración. Ácido sulfúrico a [0.02 N], el EDTA a [0.01 M] y se preparan las soluciones de NaOH [0.1 N] y NaOH [10 N] de la siguiente forma:

Para la preparación de las soluciones de NaOH [0.1 N] y [10 N] se pesan en la balanza 1 g de NaOH [0.1 N] y 100 g de NaOH [10 N] respectivamente, disolver cada una de las soluciones previamente con un poco de agua destilada (aproximadamente 50 mL), después se procede a aforar en el matraz de 250 mL con el agua destilada requerida para llegar al aforo.

Se van a utilizar las muestras de las cápsulas que fueron guardadas en el desecador en la práctica anterior (sólidos totales y volátiles).

4.4.1 Determinación de dureza de las muestras de agua recolectadas y analizadas por sólidos totales GUARDADOS DE LA PRÁCTICA ANTERIOR

4.4.1.1 Tratamiento de la muestra

- Redisolver lo contenido en las cápsulas de sólidos totales y volátiles, cada una con 5 mL de agua destilada y neutralizar a $\text{pH} = 7.0$ adicionando una gota de HCl o de NaOH.
- Llevar cada una a 25 mL.

4.4.1.2 Determinación de dureza del agua

- Colocar en un matraz Erlenmeyer una alícuota de 25 mL de muestra de agua.
- Adicionar 1 mL de solución Buffer para dureza de agua (reguladora de amonios $\text{pH} = 9.2$).
- Adicionar 2 gotas del indicador eriocromo negro T y titular la muestra con una solución de EDTA valorada hasta el vire del indicador (rosa-azul).
- Repetir el procedimiento para cada cápsula y para la muestra sin tratamiento.
- Calcular la dureza en la muestra analizada como mg de CaCO_3/L .



Figura 4.3: Potenciómetro en presencia de la disolución formada con los residuos de la práctica de sólidos totales.

Tabla 4.1: Determinación de dureza del agua (tratamiento de la muestra)

CÁPSULA	pH inicial	pH final con 1 gota de HCl	V(i) (mL)	V(f) (mL)	mL gastados de EDTA
3					
4					
5					
6					

4.4.1.3 Dureza Total de agua residual

- Colocar muestras de 50 mL de agua potable y 50 mL de agua residual, por separado, en matraces Erlenmeyer de 125 mL.
- 2. Agregar 1 mL de solución amortiguadora para dureza total $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$, pH = 10.
- 3. Agregar una pizca de indicador (una punta de espátula chica) de negro de eriocromo T y titular con una solución de EDTA [0.01 M] hasta cambio de color (violeta - azul).

Tabla 4.2: Dureza total titulando con EDTA 0.1 M

Muestra	V(i) (mL)	V(f) (m)	mL gastados de EDTA [0.1 M]
Llave			
Profundo			
Lluvia			
superficial			
Potable			

4.4.1.4 Determinación de Dureza de Calcio

- Tomar en un matraz Erlenmeyer de 250 mL un volumen de muestra que requiera un gasto de EDTA menor a 15 mL (Realice los cálculos apoyado por el profesor). Diluir la muestra a 50 mL con agua destilada. Agregar 1 o 2 mL de solución NaOH [10 N]. El pH deberá estar entre 12 y 13.
- 2) Agregar una punta de espátula de reactivo indicador de murexida.
- 3) Titular con solución de EDTA inmediatamente después de agregar el reactivo indicador. Agregar el EDTA lentamente y agitando continuamente hasta viraje de color de la solución de rosado a púrpura. Luego del punto final agregar 1 o 2 gotas más de la solución de EDTA para verificar que el color no cambie.
- 4) Registrar los datos de volúmenes y observaciones en la tabla 4.3

Tabla 4.3: Dureza de calcio, titulando con EDTA 0.1 M.

<i>Muestra</i>	V(i) (mL)	V(f) (mL)	Color	mL gastados de EDTA
<i>Agua de la llave</i>				
<i>Agua Oscura</i>				

4.4.2 Alcalinidad

- Poner muestras de 50 mL de agua potable y 50 mL del agua residual,
- por separado, en matraces Erlenmeyer de 125 mL.
- Agregar unas gotas de fenolftaleína, si hay color rosa pálido.
- Titular con H₂SO₄ 0.02 N hasta que desaparezca el color. Registrar los mililitros gastados (alcalinidad a la fenolftaleína).
- Agregar unas gotas de anaranjado de metilo.
- Titular la solución con H₂SO₄ 0.02 N hasta cambio de color (amarillo a naranja), alcalinidad total.
- Registrar los volúmenes para ambos puntos finales en la tabla 4.5

Tabla 4.4: Alcalinidad de las muestras de agua con fenolftaleína titulando con H₂SO₄.

Muestra	V(i) (mL)	V(f) (mL)	mL gastados de H ₂ SO ₄	Color (i)	Color (f)
<i>Llave</i>					
<i>Potable</i>					
<i>PTAR</i>					
<i>UAM-I</i>					
<i>Lluvia</i>					
<i>superficial</i>					

Tabla 4.5: Alcalinidad de las muestras de agua con naranja de metilo titulando con H₂SO₄.

Muestra	V(i) (mL)	V(f) (mL)	mL gastados de H ₂ SO ₄	Color (i)	Color (f)
<i>Llave</i>					
<i>Potable</i>					
<i>PTAR</i>					
<i>UAM-I</i>					
<i>Lluvia</i>					
<i>superficial</i>					

4.4.3 Cálculos

4.4.3 Dureza del agua

Considere el factor de dilución.

$$F.D.= (\text{Volumen final})/(\text{Volumen Alícuota}) \quad (4.1)$$

y considere que la solución valorada provee la siguiente proporción:

$$1 \text{ mL de disolución valorada} = 1 \text{ mg de CaCO}_3 \quad (4.2)$$

Cuando, no se ocupa una solución valorada, se calcula considerando el valor de la Normalidad del EDTA valorado con HCl.

$$\text{mg de CaCO}_3/\text{mL} = ((A*B)*5000)/(\text{mL de Alícuota}) \quad (4.3)$$

donde:

A = Normalidad de EDTA (Eq/L) (Nprom.)

B = Volumen gastado de EDTA (mL)

50000 = Peso equivalente de CaCO_3 en mg/eq

4.4.3 Determinación de calcio

$$T = P \times V_1 / G_{\text{EDTA}} \quad (4.4)$$

donde:

T: mg de CaCO_3 equivalentes a 1000 mL de EDTA

P: mg CaCO_3 /L de la solución estándar de calcio

V_1 : volumen de solución estándar de calcio tomados en la titulación de la solución de EDTA, (10.0 mL)

G_{EDTA} : gasto de la solución de EDTA consumidos en la titulación

4.4.3 Dureza de Calcio

$$\text{CaCO}_3 \text{ mg/L} = T \times G_{2\text{EDTA}} / V_2$$

$$\text{Calcio, mg/L} = T \times G_{2\text{EDTA}} / V_2 \times 2.5 \quad (4.5)$$

dónde:

V_2 : volumen de muestra tomados para la determinación, mL

G_2 : gasto de solución de EDTA consumidos en la titulación de la muestra, mL

DUREZA:

$$\text{CaCO}_3 \text{ mg/L} = \frac{\text{Vol.EDTA} \times M_{\text{EDTA}} \times 100 \times 1000}{\text{Vol.muestra}} \quad (4.6)$$

4.4.4 Alcalinidad

$$\text{CaCO}_3 \text{ mg/L} = \frac{V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 50 \times 1000}{\text{Vol.muestra}} \quad (4.7)$$

Tabla 4.6: Tabla de condiciones de Alcalinidad a la fenolftaleína (F), Alcalinidad total (T).

Forma predominante de alcalinidad			
Condición	[OH ⁻]	[CO ₃ ⁻²]	[HCO ₃ ⁻]
$V_F = 0$	0	0	T
$V_F < V_{am}$	0	$2 V_F$	$T - 2 V_F$
$V_F = V_{am}$	0	$2V_F$	0
$V_F > V_{am}$	$2 V_F - T$	$2 (T - V_F)$	0
$V_{am} = 0$	T	0	0

V_F = volumen de titulante al punto final de la fenolftaleína, mL.

V_{am} = volumen de titulante del punto final del anaranjado de metilo.

T = volumen total de titulante del punto final de la fenolftaleína al punto final del anaranjado de metilo.

4.5 Resultados

- Reporte los valores obtenidos como dureza temporal, dureza permanente y dureza de la muestra sin tratamiento.
- Investigue las interferencias que pueden existir en cada determinación.
- Clasifique el tipo de agua a la que corresponde su cuerpo de agua y determine si cumple con los valores establecidos en las normas vigentes o con las características del cuerpo de agua.
- Anotar en la tabla los resultados obtenidos

Tabla 4.7: Parámetros Químicos obtenidos

Parámetros químicos mg/L CaCO ₃			
Muestra	Alcalinidad total	Dureza total	Dureza de calcio
Muestra 1			
Muestra 2			
Norma de referencia			

1.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

1.7 Cuestionario

1. Reportar contenido de $\text{CO}_3 = \text{HCO}_3^-$, alcalinidad total, dureza total y dureza de Ca^{+2} .
2. Comparar los valores obtenidos en el laboratorio con los valores bibliográficos
3. Hacer un análisis de los resultados anteriores.
4. ¿Qué causa la dureza en el agua?
5. Proporcione las reacciones que ocurren en la determinación de dureza y alcalinidad, ¿Cómo se relacionan?
6. ¿Cómo se definen las diferentes formas de alcalinidad del agua?
7. ¿Qué interferencias se pueden presentar en la determinación de la alcalinidad?
8. ¿Qué importancia tiene la determinación?

Bibliografía

- Rev_Manual QA1: MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL I. Departamento de Bioingeniería. Tecnología Ambiental. Medina Villalobos Jessica A. Rodríguez Tapia Claudia. Moreno Guerrero Karen G. Calixto Ma. del Carmen. Enero 2014. Pag. 20-23
- Comisión Nacional del Agua. Manual de agua potable, alcantarillado y saneamiento. Diseño de plantas potabilizadoras tipo de tecnología simplificada. México. 2007.
- Reussel, AWWA, APHA, WPCF, “Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales” Ed. Díaz de Santos, S.A., 1989.
- Ojeda, Suárez Trinidad. Manual de análisis de aguas. Instituto Superior de Irapuato. México. 2007.
- NMX-AA-072-SCFI-2001. Análisis de agua - Determinación de dureza total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de prueba.
- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 18th Edition. Washington , APHA, 1992. pp 3-57
- MolLabs. Protocolo para la Determinación de Dureza en Aguas De 0 – 1000 mg CaCO₃ / L. [online]. Recuperado el 16 de Octubre de 2018. Disponible en: <https://www.mollabs.com/pdf/C186-.pdf>
- Giraldo, Gloria *Manual de análisis de aguas*. Universidad de Colombia, 1995, Colombia, Páginas 160
- Medina Villalobos, Jesica *Manual de prácticas de laboratorio de química ambiental I*, Instituto Politécnico Nacional, México, 2014. Páginas 54



Esta práctica se debe realizar en dos sesiones, o bien una sola de al menos 3 horas.

5. Coagulación y Floculación (Prueba de Jarras)

5.1 Objetivos

PRUEBA DE JARRAS

- Reproducir las condiciones de la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales, empleando un procedimiento adecuado para determinar tanto el pH como la dosis óptima de coagulantes proporcionados para remover contaminantes y partículas suspendidas del agua cruda residual mediante prueba de jarras.

COAGULACIÓN

- Aplicar un proceso de coagulación para remover contaminantes y partículas suspendidas en aguas residuales.
- Utilizar diferentes coagulantes mediante la Prueba de Jarras, para elegir un coagulante eficaz en función del pH y la concentración.
- Determinar el pH óptimo para las muestras de agua una vez agregado el coagulante más eficaz.
- Determinar el coagulante y la concentración que permita la máxima remoción de sólidos y materia flotante en la muestra considerando los valores de turbidez.
- Evaluar la acción del coagulante óptimo para el tipo de agua a tratar.
- Realizar el tratamiento primario a una muestra de agua mediante la prueba de Jarras.

5.2 Introducción

Las aguas naturales o residuales contienen partículas en suspensión, disueltas o coloidales, por lo que se emplean tratamientos primarios para la neutralización del efluente (pH), eliminación de sólidos y materia flotante aprovechando las propiedades físicas y químicas del agua.

Las partículas en suspensión se pueden eliminar por sedimentación debido a su tamaño y densidad, pero las partículas coloidales son más pequeñas (0.1- 0.001 μ m), provocando la turbidez y color del agua superficial. Estas partículas contienen carga eléctrica superficial que las hace repelerse continuamente e impedir su aglomeración y formación de partículas más pesadas, y así sedimentar.

En los coloides, cada partícula se encuentra estabilizada por una serie de cargas de igual signo sobre su superficie, haciendo que se repelan dos partículas vecinas; esto impide el choque y que formen así masas mayores, llamadas floculos. Las operaciones de coagulación y floculación desestabilizan los coloides y consiguen su sedimentación. Esto se logra por lo general con la adición de agentes químicos y aplicando energía de mezclado.

Un floculante reúne partículas en una red, formando puentes de una superficie a otra y enlazando las partículas individuales en aglomerados. La floculación es estimulada por un mezclado lento que junta poco a poco los floculos, un mezclado demasiado intenso los rompe y rara vez se vuelven a formar en su tamaño y fuerza óptimos.

La turbidez de un agua es provocada por la materia insoluble, en suspensión o dispersión coloidal. Es un fenómeno óptico que consiste en una absorción de luz combinada con un proceso de difusión. Las partículas insolubles de esta turbidez pueden ser aportadas tanto por procesos de arrastre como de remoción de tierras y también por vertidos urbanos e industriales.

Los coagulantes proporcionan cargas de signo contrario para eliminar ese potencial. Si se añade demasiado coagulante, las partículas se cargan con el signo contrario y pueden volver a dispersarse. Para complementar la adición del coagulante se requiere del mezclado para destruir la estabilidad del sistema coloidal. Un mezclado de gran intensidad que distribuya al coagulante y promueva colisiones rápidas es lo más efectivo. También son importantes para la coagulación la frecuencia y el número de colisiones entre las partículas; así, en aguas de baja turbidez puede requerirse la adición de sólidos para aumentar dichas colisiones.

Entonces, la coagulación es el proceso de desestabilización química de las partículas coloidales que se producen al neutralizar las fuerzas que las mantienen separadas por medio de la adición de agentes químicos y la aplicación de energía de mezclado.

La coagulación es el tratamiento más eficaz, pero también el que representa un gasto más elevado cuando no se realiza de forma correcta. Es igualmente el método universal porque elimina una gran cantidad de sustancias de diversa naturaleza y de peso de materia, que son eliminados a menor costo, en comparación con otros métodos. El proceso de coagulación

mal realizado también puede conducir a una degradación rápida de la calidad del agua y representa gastos de operación no justificados. Por lo tanto, se considera que la dosis del coagulante condiciona el funcionamiento de las unidades de decantación y que es imposible de realizar una clarificación si la cantidad de coagulante está mal ajustada.

La coagulación permite eliminar las impurezas contenidas en el agua a través de un simple proceso de purificación previa. La coagulación transforma las sustancias emulsionadas en sustancias flotantes relativamente gruesas.

Entre los coagulantes metálicos más utilizados en la clarificación de aguas y eliminación de DBO y fosfatos de aguas residuales se encuentran las sales de Hierro y Aluminio. Estas tienen la ventaja de actuar al mismo tiempo como coagulantes floculantes, formando especies hidratadas complejas, cargadas positivamente:



Sin embargo, tienen el inconveniente de ser muy sensibles a los cambios de pH. Si éste no está dentro del intervalo adecuado, la clarificación es pobre y pueden solubilizar Fe ó Al.

Las sales metálicas más utilizadas son:

Sulfato de Alúmina: Conocido como Alumbre, el sulfato de alúmina es un coagulante efectivo en intervalos de pH de 6 a 8; produce un flóculo pequeño y esponjoso, por lo que no se usa en precipitación previa de aguas residuales por la alta carga contaminante del agua. Sin embargo, su uso está generalizado en el tratamiento de agua potable y en la reducción de coloides orgánicos y fósforo.

Sulfato Férrico: Funciona de forma estable en un intervalo de pH 4 a 11, uno de los más amplios conocidos, produce flóculos grandes y densos que decantan rápidamente, por lo que está indicado tanto en la precipitación previa como en la coprecipitación de aguas residuales urbanas o industriales. Se emplea también en tratamiento de aguas potables, aunque puede producir problemas de coloración.

Cloruro Férrico: Es similar al sulfato férrico, aunque de aplicación muy limitada por tener un intervalo de pH más corto, entre 4 y 6. También puede presentar problemas de coloración en las aguas.

Aluminato sódico: Su uso más habitual es eliminar el color a pH bajo.

Además, se puede usar en el ablandamiento de agua con cal.

5.2.1 Definiciones

Mecanismo de coagulación.

La desestabilización se puede obtener por los siguientes mecanismos fisicoquímicos:

- **Compresión de doble capa:** Cuando se aproximan dos partículas semejantes sus capas difusas interactúan y generan una fuerza de repulsión, cuyo potencial está en función de la distancia que las separan, y cae rápidamente con el incremento de iones de carga opuesta al de las partículas, esto se consigue sólo con los iones del coagulante.
- **Adsorción y neutralización de cargas:** Las partículas coloidales poseen cargas negativas en sus superficies, estas cargas, llamadas primarias, atraen a los iones positivos que se encuentran en solución dentro del agua y forman la primera capa adherida al coloide.
- **Inmersión en un precipitado:** Las partículas coloidales desestabilizadas se pueden atrapar dentro de un flóculo, cuando se adiciona una cantidad suficiente tratando de sobrepasar el coeficiente de solubilidad, para que se forme el $\text{Al}(\text{OH})_3$ o $\text{Fe}(\text{OH})_3$; habitualmente sales de metales trivalentes como sulfato de aluminio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ o Cloruro férrico FeCl_3 . El flóculo está formado de moléculas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ o de $\text{Fe}(\text{OH})_3$. La presencia de ciertos iones y de las partículas coloidales aceleran la formación del precipitado. Las partículas juegan el rol de anillo durante la formación del flóculo, este fenómeno puede tener una relación inversa entre la turbiedad y la cantidad de coagulante requerida.
- **Puente coloide:** polímero-coloide que consiste en agregar un polímero a la solución para que se formen los puentes entre el polímero y el coloide.

Coagulantes utilizados.

Los coagulantes son productos químicos que al adicionar al agua son capaces de producir una reacción química con los componentes de la misma, especialmente con la alcalinidad del agua para formar un precipitado voluminoso, muy absorbente, generalmente constituido por hidróxido metálico del coagulante.

Floculación.

La floculación es el proceso que sigue a la coagulación; consiste en la agitación de la masa coagulada que permite el crecimiento y aglomeración de los flóculos recién formados con la finalidad de aumentar el tamaño y peso necesarios para sedimentar con facilidad. La floculación está favorecida por el mezclado lento que permite juntar poco a poco los flóculos; un mezclado demasiado intenso los rompe raramente se vuelven a formar en su tamaño y fuerza óptimos, características del color, sino es posible se debe refrigerar la muestra por un máximo de 24 horas a 4 °C.

5.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 4 tubos Falcón (profesor)
- 1 pipeta graduada de 10 mL
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 pipeta de 1 mL graduada
- 2 celdas
- 2 pipetas Pasteur
- 2 matraces aforados 1 L
- 1 espátula
- 2 buretas de 50 mL
- 1 soporte universal
- 2 pinzas para bureta
- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 2 vasos de precipitado de 100 mL
- 4 vasos de precipitado de 500 mL
- 4 matraces Erlenmeyer 125 mL
- 4 agitadores magnéticos
- 1 probeta de 100 mL.
- 1 piseta

EQUIPO

- 1 espectrofotómetro- UV
- 4 parrillas de agitación con calentamiento
- 1 potenciómetro

REACTIVOS

- Soluciones reguladoras de pH = 4, pH = 7 y pH = 10
- Agua destilada
- Agua residual
- Agua des ionizada o destilada
- Sulfato de aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) al 1%, 10%, 25% y 200% (w%)
- $\text{Ca}(\text{OH})_2$
- Cloruro férrico FeCl_3 al 1%, 10%, 25% y 200% (w%)
- Almidón
- Sulfato de aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$). 18 H_2O
- FeCl_3
- H_2SO_4 [1M]
- NaOH [1M]

5.4 Procedimiento

Las muestras que se utilizan son:

- Agua residual de la llave
- Agua residual del lago de Chapultepec superficial (clara)
- Agua de la PTAR-UAM
- Agua de lluvia

5.4.1 Tratamiento de la muestra

- Lavar y secar el material requerido para la práctica de jarras, comprobar la existencia de los coagulantes Sulfato de Aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) y Cloruro Férrico (FeCl_3) al 10%, o en su defecto preparar las disoluciones.
- Tomar 2 muestras de 100 mL de agua de la llave y 2 muestras de 100 mL del agua clara del lago de Chapultepec con ayuda de la probeta. Colocar cada muestra en 1 vaso de precipitados de 500 mL cada una de las muestras.



Figura 5.1: Muestras de agua a) de la llave y b) de Chapultepec. El sistema de Jarras incluye una serie de contenedores y propelas. En esta práctica se substituyó por un sistema de vasos de precipitados y agitación magnética.

- Colocar cada una de las muestras en una parrilla y dejar en agitación constante (Figura 5.1)
- Agregar los coagulantes de Sulfato de Aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) al agua de la llave y Cloruro Férrico (FeCl_3) al agua clara de Chapultepec al 10% de forma continua en medidas de 1 mL hasta la formación de flóculos. A cada muestra se le agrega un coagulante por separado.



Figura 5.2: Agregación del coagulante y formación de flóculos. Flóculos formados en el agua clara del lago de Chapultepec.

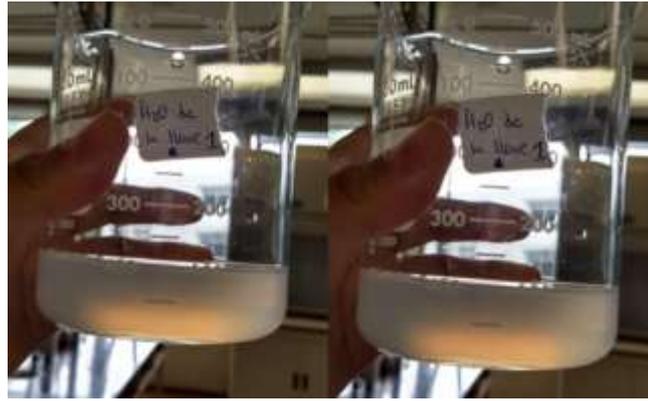


Figura 5.3: Formación de flóculos en el agua de la llave.

- Con la ayuda de un cronómetro, determinar el tiempo necesario para la formación de flóculos en cada una de las muestras.

5.4.2 Determinación del pH óptimo

- Calibrar el potenciómetro con las soluciones buffer a pH = 4, 7 y 10, y el espectrofotómetro a 375 nm con agua destilada como referencia.
- Verter 100 mL de cada muestra diferente agua por separado en matraces Erlenmeyer de 125 mL (por triplicado).
- Ajustar el pH de las muestras a pH = 5, 7 y 9 con las soluciones de ácido sulfúrico H_2SO_4 [1 M] e hidróxido de sodio NaOH [1 M].
- Una vez que se ajustó el pH, se procede a colocar las muestras en las parrillas dejándolas en agitación rápida durante 1 minuto. En seguida dejar en agitación lenta durante 5 minutos agregando 2 mL del pH óptimo de cada coagulante elegido para cada muestra de agua a analizar (Sulfato de Aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) al 10% y Cloruro Férrico (FeCl_3) al 10%).



Figura 5.4: Formación de flóculos en las muestras de agua a analizar a pH óptimo.

- Por último, dejar reposar durante 20 minutos y se determina la absorbancia con el espectrofotómetro.

5.4.3 Determinación de la dosis de coagulante

- En 4 vasos de precipitado de 100ml se coloca 100ml de agua residual y se ajusta el pH que se obtuvo en la prueba anterior.
- Se utiliza el 25% de dosis del coagulante (sulfato de aluminio), el que se deposita en uno de los vasos de precipitado.
- Se utiliza el 200% de dosis del coagulante (sulfato de aluminio), el que se deposita en uno de los vasos de precipitado.
- Se utiliza el 25% de dosis del coagulante (cloruro férrico), el que se deposita en uno de los vasos de precipitado.
- Se utiliza el 200% de dosis del coagulante (cloruro férrico), el que se deposita en uno de los vasos de precipitado.
- Mezcla rápido durante 1 min, después mezcla lentamente durante 5 min de 10 a 20 rpm.
- Toma el tiempo para la formación de flóculos.
- Deja sedimentar 20 min.

Cálculo de la dosis óptima del coagulante

- Se preparan cuatro vasos de precipitados de 1000 cm³ de capacidad, introduciendo en cada uno 100 mL del agua a tratar.
- Se le agrega 2 mL de disolución de NET, 20 ppm (pesar 0,1 g de NET en 5 litros de agua del grifo).
- Añadir diferentes dosis del coagulante de forma que las concentraciones sean 40, 60, 100 y 120 ppm. (pesar, en gramos: 0.02; 0.04; 0.06; 0.10 y 0.12).
- Se toma una pequeña cantidad de muestra de cada uno de los vasos de precipitados y se mide su absorbancia a 575 nm.
- Se agita de forma enérgica (150 rpm) durante 3 minutos y a continuación de una forma más lenta (25 rpm) durante 12 minutos. Transcurrido este tiempo se levanta el agitador, teniendo cuidado de no romper flóculos, y se deja decantar 20 minutos.
- Una vez decantado se toma una muestra de cada vaso y se mide su absorbancia a 575 nm.

5.4.4 Caracterización de la muestra de agua residual: pH, dureza, turbidez, SST, y DQO (DQO se analizará la siguiente sesión).

- Colocar 100 mililitros de agua residual en un vaso de precipitados, y con agitación, adicionar la solución de coagulante al 10%, de mililitro en mililitro, hasta observar buena formación de flóculos. Anotar la cantidad de coagulante utilizada.

Nota: Si no es suficiente la alcalinidad, agréguese por cada mg/L de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, 0.35 mg/L de cal hidratada. Dejar un vaso con agua como control.

5.4.4 Tratamiento de los resultados

- Dejar reposar la muestra con agitación lenta durante 5 minutos a 10 o 20 rpm.
- Tomar el tiempo en que aparecieron los flóculos y dejar reposar por 20 minutos hasta que los flóculos se comiencen a sedimentar.
- Para finalizar la práctica, realizar mediciones de pH, la absorbancia final del sobrenadante y guardar en los tubos falcón la parte superficial de las muestras.

5.4.4 Caracterización de la muestra de agua residual: pH, dureza, turbidez, SST, y DQO (DQO se analizará la siguiente sesión).

- Verter 100 mL de agua de la llave y agua del lago de Chapultepec en vasos de precipitados limpios y secos, ajustar el pH a aquel observado en el que la formación de flóculos se realiza en el menor tiempo.

5.5 Resultados

Para el análisis y mejor manejo de los resultados se plantea vaciar los resultados en las siguientes tablas.

Tabla 5.1: Determinación del mejor coagulante para cada tipo de muestra.

Muestra	mL agregados de los coagulantes	Tiempo	Color inicial	Color final
	2 mL de Sulfato de Aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) al 10%			
	3 mL Cloruro Férrico (FeCl_3) al 10%			
	1 mL Cloruro Férrico (FeCl_3) al 10%			

Tabla 5.2: Determinación del pH, absorbancia y tiempo de formación de los flóculos.

Muestra	pH inicial	pH final	mL de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Tiempo	Absorbancia inicial (nm)	Absorbancia final (nm)
MUESTRA	pH inicial	pH final	mL de FeCl_3	Tiempo	Absorbancia inicial (nm)	Absorbancia final (nm)

Tabla 5.3: Determinación del pH y tiempo de formación de flóculos con los coagulantes de sulfato de aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) y cloruro férrico (FeCl_3) al 25% y 200%.

Muestra	mL de sulfato de aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) al 25%	mL de sulfato de aluminio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) al 200%	pH inicial	pH final	Tiempo
Muestra	mL de Cloruro Férrico (FeCl_3) al 25%	mL de Cloruro Férrico (FeCl_3) al 200%	pH inicial	pH final	Tiempo

- Construir una gráfica de turbidez en función del pH.
- Elaborar una gráfica de turbidez en función de la dosis del coagulante.

5.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

5.7 Cuestionario

1. ¿Cuál es el pH y la dosis óptima de coagulante para cumplir con la norma oficial de dureza del agua?
2. ¿Qué importancia tiene el pH y la alcalinidad del agua para el tratamiento por coagulación?
3. ¿Qué finalidad tiene el mezclado rápido y lento?
4. De los coagulantes utilizados, ¿cuál recomendaría y por qué?
5. En el balance de fuerzas de coloides, ¿con qué objetivo se busca reprimir el efecto de la fuerza de repulsión (VR) y aumentar el efecto de atracción (VA)?
6. ¿Cuándo se alcanza el punto óptimo de la coagulación?
7. ¿Qué factores se deben considerar en la selección del coagulante?
8. Explicar qué sucede cuando la dosis de coagulante agregado es menor y mayor a la dosis óptima.
9. ¿Para qué nos sirve la prueba de jarras?

Bibliografía

- NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-041-SSA1-1993, BIENES Y SERVICIOS. AGUA PURIFICADA ENVASADA. ESPECIFICACIONES SANITARIAS <http://www.salud.gob.mx/unidades/cdi/nom/041ssa13.htm>
- NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-127-SSA1-1994, "SALUD AMBIENTAL, AGUA PARA USO Y CONSUMO HUMANO-LIMITES PERMISIBLES DE CALIDAD Y TRATAMIENTOS A QUE DEBE SOMETERSE EL AGUA PARA SUPOTABILIZACION". <http://www.salud.gob.mx/unidades/cdi/nom/127ssa14.html>
- Andía Y. (2000). Tratamiento de agua. Coagulación-floculación. Evaluación de plantas y desarrollo tecnológico. Lima Perú. Practica 7 COAGULACIÓN: tratamiento de agua manual
- Restrepo H. (2009). EVALUACIÓN DEL PROCESO DE COAGULACIÓN – FLOCULACIÓN DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE AGUA POTABLE. Universidad Nacional de Colombia. Pág.10



Esta práctica debe ser realizada en dos sesiones o en solo una de al menos 3 horas.

6. Demanda Química de Oxígeno

6.1 Objetivos

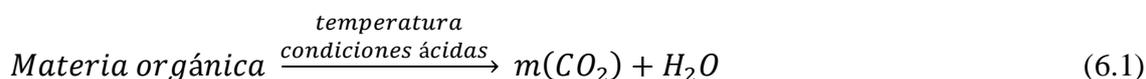
- Conocer y aplicar los métodos de reflujo abierto y cerrado para la determinación de la Demanda Química de Oxígeno (DQO).
- Conocer la importancia de la determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y tratadas.
- Comprender las reacciones de oxidación que se llevan a cabo durante el proceso de reflujo y después de la titulación de muestras.
- Analizar la DQO de distintas aguas residuales y municipales

6.2 Introducción

Tanto la actividad natural como la humana contribuyen a la generación y aumento de la contaminación orgánica de las aguas naturales. La contaminación orgánica se debe a compuestos químicos a base de carbono, como disolventes y pesticidas que provienen de la actividad agrícola (herbicidas y pesticidas), y de la industria. La concentración de estos compuestos orgánicos en el agua no es constante y está determinada por una serie de factores estacionales e intermitentes. Debido a estas razones, el tratamiento de estas aguas obliga a realizar ajustes permanentes en las plantas de tratamiento.

Los compuestos químicos orgánicos “artificiales” como los pesticidas o algunos productos aplicados en procesos industriales contribuyen a la pérdida local de la biodiversidad del agua dulce; el riesgo de efectos letales, agudos y crónicos a largo plazo aumenta con el número de productos químicos ecotoxicológicos con efectos en los seres vivos.

La demanda química de oxígeno (DQO) proporciona la medida del oxígeno que es equivalente a la proporción de la muestra orgánica presente en una muestra de agua, capaz de oxidarse por procedimientos químicos oxidantes fuertes. La oxidación en condiciones específicas de pH, temperatura y tiempo de reacción transforma la materia orgánica en dióxido de carbono y agua:



El método para la determinación de DQO está registrado en la norma NMX-AA-030/1-SCFI-2012, que está basada en su oxidación en condiciones químicas fuertes donde el oxidante utilizado (anión dicromato $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) para oxidar la materia orgánica en la muestra se expresa como equivalente de oxígeno.

Esta prueba es capaz de oxidar a la mayoría de las sustancias orgánicas hasta un nivel entre 95% y 100%, sin embargo, algunas resisten este tipo de oxidación, como el benceno, tolueno y piridina.

Existen dos métodos para la determinación de DQO con dicromato y son:

- El método a reflujo abierto, que es conveniente para aguas residuales donde se requiera utilizar grandes cantidades de muestra y,
- El método a reflujo cerrado, que es más económico en cuanto al uso de reactivos, pero requiere de una mayor homogeneización de las muestras que contienen sólidos suspendidos para obtener resultados reproducibles.

En esta práctica se realizarán dos diferentes desarrollos experimentales para determinar la DQO: *parte a)* utilizando la oxidación tradicional a reflujo abierto y: *parte b)* con el análisis de DQO utilizando un espectrofotómetro.

6.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 2 pipetas Pasteur
- 1 pipeta graduada de 1 mL
- 2 matraces aforados de 1000 mL
- 1 espátula

EQUIPO

- 1 balanza analítica
- 1 espectrofotómetro
- 1 equipo de destilación
- 2 parrillas de agitación

- 1 pipeta volumétrica de 10 mL
- 2 buretas de 50 mL
- 1 pinzas para bureta
- 2 vasos de pp de 250 mL
- 2 vasos de pp de 100 mL
- 4 matraces Erlenmeyer de 125 mL
- 2 probetas de 100 mL
- 2 cristalizadores
- 2 celdas
- 2 soportes universales
- 2 agitadores magnéticos
- 4 pinzas para matraz
- 2 mangueras para agua
- 1 recipiente para hielo
- 1 paño y solución (alúmina) para pulir electrodos
- 1 barra magnética



REACTIVOS

- H_2SO_4 Conc.
- AgNO_3
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.25N
- Ag_2SO_4 ó AgNO_3
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{SO}_4$ 0.035 M
- FAS:
 $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Biftalato de potasio (BFK)
- Agua destilada
- Agua residual
- Ferroína: 1:10
fenantrolina monohidratada
- Glucosa
- Hielo

6.4 Procedimiento

Antes de realizar la práctica verificar que el material se encuentre limpio y seco.

6.4.1 Preparación de disoluciones

- Solución digestora (SD): Agregar a 500 mL de agua destilada 49.03 g de dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) previamente secado a 103 °C por 2 horas, 167 mL de H_2SO_4 concentrado y 33.3 g de sulfato mercúrico (HgSO_4). Disolver, enfriar a temperatura ambiente y enrasar a 1000mL. Esta solución se utilizará posteriormente para preparar las disoluciones de digestión A y B.
- Preparar Ag_2SO_4 , pese 4.5 g del reactivo y afore con 500 mL de ácido sulfúrico concentrado. Estas operaciones se realizan en un matraz sobre un recipiente con hielo y en la campana de extracción; use guantes y mascarilla de contar con ellas.

La disolución completa puede tardar varias horas, realice esta operación con antelación y almacene en la oscuridad.

- Preparar las disoluciones de $K_2Cr_2O_7$ con agua destilada.
- Preparación de la solución estándar de Biftalato (BFK), pesar 0.851 g de biftalato de potasio previamente secado a 120 °C y aforar a 1 L con agua desionizada.
- Disolución de digestión A (alta concentración). Pesar 10.22 g dicromato de potasio, previamente secado a 103 °C por 2 h y añadirlos a 500 mL de agua, adicionar 167 mL de ácido sulfúrico concentrado y 5 g de la mezcla digestora. Disolver y dejar enfriar hasta alcanzar temperatura ambiente. Aforar a 1 L con agua.
- Disolución de digestión B (baja concentración). Pesar 1.02 g de dicromato de potasio, previamente secado a 103 °C por 2 h y añadirlos a 500 mL de agua. Adicionar 167 mL de ácido sulfúrico concentrado y 5 g de mezcla digestora. Disolver y enfriar a temperatura ambiente. Aforar a 1 L con agua

6.4.2 Parte A

- Conseguir hielo y colocar el equipo de reflujo para dos operaciones en serie y asegurarse que no existan fugas, y las uniones con los matraces queden bien selladas.
- Tomar 50 mL de agua residual y 50 mL de agua destilada y colocar en diferentes matraces de bola de 500 mL.
- Colocar en agitación sobre un baño de hielo y añadir lenta y cuidadosamente 50 mL de la solución de dicromato 0.25 N a cada uno de los matraces.
- Añadir 70 mL de la solución de sulfato de plata agitando cuidadosamente. Tomar nota de observaciones como cambios de color al añadir cada una de las soluciones.
- Comenzar la agitación de la solución bajo análisis retirando el baño de hielo, y encendiendo la circulación del reflujo asegurando que el agua de circulación siempre se encuentre con hielo. Mantener estas condiciones durante 1.5 h.
- Dejar enfriar las muestras lentamente con la ayuda del hielo.
- Al terminar de enfriar, realice la titulación de las muestras. Para realizarlo realice una primera dilución con 300 mL de agua destilada. Posteriormente tome una alícuota de 50 mL y poner como indicador ferroína para realizar la titulación.
- Colocar el sulfato ferroso 0.25N en la bureta y comenzar la titulación de las dos muestras. Anotar las observaciones como volumen gastado, cambios de color, etc.
- Realizar el cálculo de DQO y determinar fuentes de Error.

6.4.3 Parte B

- Con la solución patrón de BFK preparar 2 curvas de solución patrón de acuerdo con las siguientes tablas:

Tabla 6.1: Preparación de curva 1.

Prueba	Solución Patrón de BFK (mL)	DQO (mg/L)
Testigo	0	---
1	2	20
2	3	30
3	5	50
4	6	60
5	8	80
6	10	100

Tabla 6.2: Preparación de curva tipo 2.

Prueba	Solución Patrón de BFK (mL)	DQO (mg/L)
Testigo	0	---
1	10	100
2	20	200
3	25	250
4	40	400
5	50	500

- Colocar 2 mL de la solución patrón, 1.5 mL de la solución digestora y 3.5 mL de la solución de sulfato de plata en los tubos de análisis, tapar y agitar con suavidad.
- Colocar los tubos en la estufa a 150 °C y dejarlos en digestión por 1.5 h (consultar la posibilidad de realizarlo en autoclave).
- Enfriar los tubos a Temperatura ambiente y leer las soluciones con el espectrofotómetro a 600 nm y construir una curva de calibración.
- Para análisis de la muestra primero se tiene que determinar si la disolución problema tiene una DQO alta o baja, dependiendo de eso se debe tratar con la solución de digestión alta o baja.

- Colocar 1.5 mL de solución de digestión (la adecuada) dentro de los tubos, añadir 2.5 mL de la muestra problema, con cuidado de no vaciar su contenido, destapar continuamente para liberar la presión
- Añadir 3.5 mL de la disolución de AgSO_4 .
- Anadir una muestra blanco con agua destilada siguiendo los mismos pasos.
- Colocar los tubos en estufa durante 2 h.
- Enfriar los tubos y analizar con el espectrofotómetro a 600 nm.

6.5 Resultados

- Realizar un diagrama de flujo con las operaciones necesarias para el procedimiento Ay B.
- Anotar los resultados de la titulación, en volumen gastado y en DQO.
- Realizar la curva de calibración con las soluciones de BFK graficando absorbancia vs DQO (teórica).
- Determinar la DQO de las muestras de aguas contaminadas con el método del espectrofotómetro.

6.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

6.7 Cuestionario

- 1) Realizar un diagrama de flujo con las operaciones necesarias para el procedimiento A y B.
- 2) Anotar los resultados de la titulación, en volumen gastado y en DQO.
- 3) Realizar la curva de calibración con las soluciones de BFK graficando absorbancia vs DQO (teórica).
- 4) Determinar la DQO de las muestras de aguas contaminadas con el método del espectrofotómetro.

Bibliografía

Satyawali, Y., and M. Balakrishnan. "Wastewater treatment in molasses-based alcohol distilleries for COD and color removal: a review." *Journal of environmental management* 86.3 (2008): 481-497.

Stuetz, Richard M., and T. Stephenson, eds. *Principles of water and wastewater treatment processes*. Iwa Publishing, 2009.

American Public Health Association, and American Water Works Association. *Standard methods for the examination of water and wastewater*. American public health association, **1989**.

Russell, David Lloyd. *Tratamiento de aguas residuales: un enfoque práctico*. Reverté, **2012**.

Robles, Francisco Osorio, Juan Carlos Torres Rojo, and Mercedes Sánchez Bas. *Tratamiento de aguas para la eliminación de microorganismos y agentes contaminantes*. Ediciones Díaz de Santos, **2010**.

NMX-AA-030/1-SCFI-2012



Esta práctica debe ser realizada en dos sesiones o en solo una de al menos 3 horas.

7. Identificación y Separación de Cationes en muestras de agua: Hg^+ , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Ag^+ , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} y Sn^{2+}

7.1 Objetivos

- Desarrollar las habilidades prácticas necesarias para la identificación de los cationes presentes en una muestra de agua.
- Separar e identificar los cationes del primer grupo analítico, que están representados por la plata, el mercurio y el plomo.
- Realizar la identificación del grupo I de cationes de la marcha analítica en una muestra problema y en una muestra tipo.
- Separar e identificar los cationes del grupo I o grupo de la plata, así como familiarizarse con los procedimientos analíticos propios de una marcha sistemática de cationes.
- Reconocer los cationes del grupo 1.
- Identificar cada uno de los cationes del grupo 1.
- Reconocer el reactivo de grupo.
- Identificar las condiciones en que se lleva a cabo el reconocimiento de cationes.

7.2 Introducción

Un catión es un ion positivo, es decir, que ha cedido electrones. Los cationes se describen con un estado de oxidación positivo. En términos químicos, se producen cuando un átomo neutro pierde uno o más electrones de su dotación original. Éste fenómeno se conoce como ionización.

El procedimiento de separación e identificación de los iones que se encuentran en una muestra de interés se conoce como marcha analítica. Una marcha analítica involucra una serie de pasos basados en reacciones químicas, en donde los iones se separan en grupos, los cuáles poseen características comunes. Posteriormente, estos grupos de iones son tratados químicamente para separar e identificar mediante reacciones específicas selectivas de cada uno de los iones que lo componen, por ejemplo: la formación de un complejo coloreado en

solución o la formación de un precipitado cuando se añade un determinado reactivo en condiciones químicas adecuadas.

La clasificación de cationes es la siguiente:

- *Grupo I:* Ag^+ , Hg^{2+} y Pb^{2+} forman precipitados en presencia de HCl
- *Grupo II:* Hg^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , As^{3+} , As^{5+} , Sn^{2+} y Sn^{4+} forman precipitados con H_2S
- *Grupo III:* Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+} y Mn^{2+} forman precipitados con $(\text{NH}_4)_2\text{S}$
- *Grupo IV:* Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} forman precipitados con $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
- y *Grupo V:* Li^+ , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , H^+ y NH_4^+

A esta técnica de separación y determinación de iones que se encuentran en una muestra se conoce como marcha analítica y consiste en una serie de pasos sistemáticos basados en reacciones químicas, las cuales permiten, en primer lugar, separar cada catión constituyente de la muestra, aprovechando ciertas propiedades particulares como: la solubilidad y el pH, y en segundo lugar, identificarlos mediante reacciones específicas de cada catión.

Los cationes son clasificados en cinco grupos de acuerdo con su comportamiento frente a ciertos reactivos, principalmente frente al ácido clorhídrico, sulfuro de hidrógeno, sulfuro de amonio y carbonato de amonio. La clasificación se basa en si la reacción entre los cationes y el reactivo promueve o no la formación de un precipitado, es decir, se basa en la diferencia de solubilidades de los cloruros, sulfuros y carbonatos formados. Los cinco grupos que constituyen la marcha analítica de cationes son los siguientes:

- *Grupo I:* Este grupo está constituido por iones plata (Ag^+), mercurioso (Hg_2^{2+}) y plomo (Pb^{2+}), los cuales se caracterizan por formar precipitados en presencia de ácido clorhídrico diluido.
- *Grupo II.* Los cationes que conforman este grupo generan precipitados al hacerlos reaccionar con sulfuro de hidrógeno en un medio ligeramente ácido. Los cationes que integran el mismo son: mercurio (Hg^{2+}), cobre (Cu^{2+}), bismuto (Bi^{3+}), cadmio (Cd^{2+}), antimonio III y V (Sb^{3+} y Sb^{5+}), arsénico III y V (As^{3+} y As^{5+}) y estaño II y IV (Sn^{2+} y Sn^{4+}). A su vez, dichos cationes se clasifican en dos subgrupos: el *subgrupo IIA* que incluye los primeros cuatro cationes y el *subgrupo IIB* que incluye los seis cationes restantes. Esta subclasificación responde a la diferencia de solubilidades que tienen ambos grupos en presencia de polisulfuro de amonio. El *grupo IIB* se caracteriza por ser soluble en dicho reactivo mientras que el *grupo IIA* no es soluble
- *Grupo III.* Este grupo está integrado por los iones cobalto (Co^{2+}), níquel (Ni^{2+}), hierro II y III (Fe^{2+} y Fe^{3+}), cromo (Cr^{3+}), aluminio (Al^{3+}), zinc (Zn^{2+}) y manganeso (Mn^{2+}). En este grupo, los cationes precipitan al hacerlos reaccionar con sulfuro de amonio en medio neutro o amoniacal.

- *Grupo IV.* Conformado por los cationes calcio (Ca^{2+}), estroncio (Sr^{2+}) y bario (Ba^{2+}), los cuales reaccionan con carbonato de amonio en presencia de cloruro de amonio en medio neutro o ligeramente ácido para generar un precipitado.
- *Grupo V.* Este grupo está conformado por aquellos cationes comunes que no reaccionan con los reactivos mencionados en los grupos anteriores. Estos cationes son: litio (Li^+), magnesio (Mg^{+2}), sodio (Na^+), potasio (K^+), hidrógeno (H^+) y el amonio (NH_4^+).

Varios ensayos realizados en el laboratorio se hacen a escala semi-micro, es decir, utilizando pequeñas cantidades de reactivos. Este método de trabajo requiere material de pequeña capacidad. En consecuencia, hay que habituarse a calentarlo y utilizarlo en la filtración y centrifugación a esta escala de trabajo.

En esta práctica se identifican las reacciones características de los tres cationes pertenecientes al grupo I (Ag^+ , Pb^{2+} y Hg^{2+}); posteriormente se determina si una muestra problema contiene algunos de estos iones, basados en la particularidad de que los cationes de este grupo forman cloruros insolubles con ácidos diluidos. A grandes rasgos se puede inferir que los cationes plata, plomo y mercurio se separan con base en las propiedades de solubilidad de sus cloruros. Posteriormente se realizan procedimientos similares para determinar la presencia de iones Cu^{2+} , Sn^{2+} , Ca^{2+} y Mg^{2+}

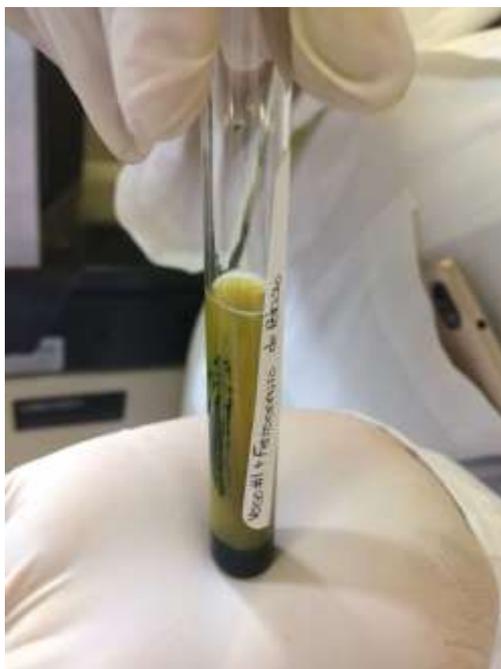


Figura 7.1: Verificación de los cambios de color contra de una marcha analítica.

El cloruro de plomo es separado de una mezcla de los tres cloruros restantes mediante su solubilidad total en agua caliente. El cloruro de plata y de mercurio son separados por sus reacciones características con hidróxido de amonio, formando el complejo soluble de catión plata y la mezcla de mercurio y cloruro-amido mercúrico respectivamente.

La dificultad asociada al análisis cualitativo dependerá de la naturaleza de la muestra. Para la determinación de elementos en muestras complejas como las de origen biológico o de desechos industriales requieren el uso de técnicas analíticas más robustas. En el caso del área minera, a pesar de tener técnicas y maquinaria de última generación, las técnicas clásicas son las más utilizadas por los ingenieros por su sencillez y rapidez.

A esta técnica de separación y determinación de iones que se encuentran en una muestra dada, se conoce como **marcha analítica**.

La marcha analítica sistemática es un conjunto de técnicas prácticas basadas en el conocimiento de las propiedades de los iones y de las leyes por las que se rigen las reacciones químicas, las circunstancias en que éstas se verifican, y que tienen por objeto separar de forma sistemática los cationes presentes en una muestra problema, para proceder posteriormente a su reconocimiento individual definitivo.

3.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 1 gradilla
- 1 agitador de vidrio
- 1 agitador magnético
- 2 pipetas de 5 mL
- 1 propipeta
- 3 vidrios de reloj
- 5 charolitas de plástico
- 5 vasos de precipitados de 100 mL
- 5 vasos de precipitados de 250 mL
- 30 tubos de ensayo
- 2 embudos filtración rápida
- 1 soporte universal
- 5 matraces aforados de 50 mL
- Papel filtro
- 2 espátulas (pequeña y grande)
- Papel absorbente
- 2 anillos metálicos
- 5 pipetas Pasteur
- 3 ó 5 chupones para pipetas
- 2 pinzas para matraz
- 2 probetas de 100 mL

EQUIPO

- 1 balanza analítica
- 1 parrilla eléctrica

REACTIVOS

- HCl 0.25 y 6 M
- NH₄OH 0.25 y 6 M
- HNO₃ concentrado
- H₂SO₄ concentrado
- CH₃COOH concentrado
- AgNO₃ 0.25 M
- Hg(NO₃)₂ 0.25 M
- HgNO₃ 0.25 M
- Pb(NO₃)₂ 0.25 M
- K₂CrO₄ 0.25 M
- KI 0.25 M
- SnCl₂ 0.25 M
- FeCl₃ 0.25 M
- CuCl₂ 0.25 M
- KSCN
- K₄Fe(CN)₆
- H₂S
- NaOH 0.25 M
- (NH₄)₂S
- Na₂CO₃
- AlCl₃ 0.25 M
- Ca(OH)

- MgCl_2 0.25 M
- CaCO_3
- KOH 0.25 M
- NH_4Cl 0.25 M
- KNO_3
- Carbón activado

7.4 Procedimiento

Para iniciar la práctica se lava y seca todo el material requerido. Se prepararán las soluciones, las cuales serán repartidas entre los equipos.

7.4.1 Identificación de Cationes

Tabla 7.1: Soluciones a preparar.

Nombre	Símbolo	g o mL	Concentración (M)
Nitrato de Mercurio	$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$	4.28 g o (0.94 mL)	0.25 M
Cromato de Potasio	K_2CrO_4	2.13 g	0.25 M
Cloruro de estaño	SnCl_2	2.82 g	0.25 M
Cloruro de cobre	CuCl_2	2.13 g	0.25 M
Cloruro de Aluminio	AlCl_3	3.02 g	0.25 M
Hidróxido de potasio	KOH	0.7 g	0.25 M
Hidróxido de amonio	NH_4OH	2 mL	0.25 M

Se utilizan las siguientes relaciones matemáticas para el cálculo de la concentración.

Para líquidos impuros (mL):

$$\text{Volúmen de reactivo (mL): } PM * M * \left(\frac{1L}{1000mL}\right) * V * \left(\frac{1}{\rho}\right) * \left(\frac{100\%}{\%}\right) \quad (7.1)$$

Para solutos (g) :

$$\text{Masa de reactivo (g): } PM * M * \left(\frac{1L}{1000mL}\right) * V \quad (7.2)$$

donde

PM es la masa molar de la especie que se desea preparar.

M es la Molaridad que se desea obtener.

V es el volumen deseado (mL).

Cada solución preparada se coloca en matraces aforados de 50 mL, etiquetados de acuerdo a su contenido.



Figura 7.2: Soluciones en matraces de 50 mL de cada uno de los compuestos.

Para continuar, se ocuparán 6 soluciones y 24 tubos de ensayo, de los cuales se utilizan 4 para cada solución. Las soluciones serán de: AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Hg}(\text{NO}_3)$, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, CuCl_2 y FeCl_3 . Una vez distribuidas las 6 soluciones en los tubos de ensayo, se agregan 4 tipos de reactivos (HCl , NH_4OH , K_2CrO_4 y KI). El procedimiento, las cantidades y concentraciones se detallan en la siguiente tabla.

Tabla 7.2: Contenido de los tubos de ensayo y resultado del compuesto que precipita.

NITRATOS 3 mL, 0.25M	HCl 1 mL [1 M]	NH₄OH 2 mL [0.25 M]	K₂CrO₄ 2 mL [0.25 M]	KI 2 mL [0.25 M]
AgNO_3	$\text{AgCl}(\downarrow)$ + 2 gotas de $\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow \Delta$	Ag_2O	Ag_2CrO_4	AgI +2 mL de KI + KNO_3
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	$\text{PbCl}_2(\downarrow)$ + 1 mL de HCl 1M	$\text{Pb}(\text{OH})_2$	PbCrO_4	PbI_2
$\text{Hg}(\text{NO}_3)$	Hg_2Cl_2	$\text{Hg}(\text{ONH}_3)\text{NO}_3$	Hg_2CrO_4	HgI + punta de espátula de KI
$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$	HgCl_2	$\text{Hg}(\text{NO})_2$	HgCrO_4	HgI_2 + punta de espátula de KI
CuCl_2		$\text{Cu}(\text{OH})_2$	CuCrO_4	CuI_2
FeCl_3		$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$\text{Fe}_2(\text{CrO}_4)_3$	FeI_3

Las mezclas de los nitratos con los reactivos en los tubos de ensayo permitirán evaluar sus propiedades cualitativas, reportar los colores y apariencia física.

La mezcla que contenga $\text{Fe}(\text{OH})_3$ será dividida en 2 partes para analizarlas. Al tubo 1 se le añade una punta de espátula de KSCN y al tubo 2 se le agrega una punta de espátula de $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$

- El tubo 1. Describir la propiedad cualitativa.
- El tubo 2. Describir la propiedad cualitativa.

7.4.2 Identificación de los cationes: Cu^{2+} , Sn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+}

Para la segunda parte de la práctica, se colocan 5 mL de cloruro de cobre (CuCl_2) más 5 mL de cloruro de estaño SnCl_2 en un vaso de precipitados. Después agregar de 1 mL en 1 mL el ácido sulfúrico. Describir las propiedades cualitativas y los cambios ocurridos tras la adición.

En seguida se prepara la mezcla de 5 mL de cloruro de aluminio, 5 mL de cloruro férrico y 10 mL de dicromato de potasio K_2CrO_4 , para ir agregando de 1 mL en 1 mL una mezcla de hidróxido de sodio NaOH y $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Describir las propiedades cualitativas y los cambios ocurridos tras la adición del Hidróxido de Sodio y $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

Para finalizar esta parte de la práctica, colocar en otro vaso de precipitados la mezcla de: MgCl_2 , CaCO_3 y $\text{Ca}(\text{OH})_2$, agregar una punta de espátula de Na_2CO_3 . Describir las propiedades cualitativas.

Posteriormente, al precipitado obtenido del cloruro de cobre, se le agregan 10 mL de NH_4OH , se filtra y se le agrega cromato de potasio. Describir propiedades cualitativas.

7.4.3 Identificación de Cationes

Se prepara una mezcla de las soluciones y se distribuyen a cada equipo. Se filtra la mezcla y una vez que se obtiene el filtrado, se reparten en diferentes tubos de ensayo para agregar los siguientes reactivos a cada uno: H_2SO_4 , Na_2CO_3 , NaOH , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, K_2CrO_4 , KI , KSCN , $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ y SnCl_2 .

Solución problema (mezcla)

- Tomar 20 mL y agregar 15 mL de HCl [6 N].
- Filtrar con ayuda de 15 mL de hidróxido de amonio concentrado *vaso 1.
- lavar el sólido del filtro con agua destilada *vaso 2.
- *vaso 2, agregar 15 mL de K_2CrO_7 , el filtrado se etiqueta como *vaso 3.
- *vaso 3, agregar 20 mL de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH), el resultado es el *vaso 4.
- *vaso 4, agregar 5 mL de agua regia + 10 mL de agua destilada.
- tomar 5 mL de *vaso 1 + 1 mL de SnCl_2 + gotas de agua regia.
- tomar 5 mL de *vaso 1 + punta de espátula de KI .
- Agua regia + SnCl_2 + *vaso 1.
- *vaso 1 más ferrocianuro de potasio y *vaso 1 más tiocianato de potasio.
- *vaso 1 mas tiocianato de potasio.
- *vaso 1 más ferrocianuro de potasio.

7.4.4 Identificación de Cationes en muestras de agua residual

Para la identificación de cationes, se colocan 5 mL de muestra en tubos de ensayo, posteriormente se añaden los reactivos como lo muestra la siguiente tabla.

Tabla 7.3: Muestras de agua y reactivos utilizados para identificación de cationes.

Muestras de agua utilizadas	Reactivos añadidos a cada muestra
1. Potable. 2. Lago de Chapultepec profunda. 3. Lago de Chapultepec superficial. 4. Lluvia. 5. Llave.	1. HCl 2. NH ₄ OH 3. K ₂ CrO ₄ 4. KI 5. H ₂ SO ₄ 6. Na ₂ CO ₃ 7. NaOH + (NH ₄) ₂ 8. KSCN 9. K ₄ Fe(CN) ₆

7.5 Resultados

Primera parte.

Tabla 7.4: Colores observados en cada tubo durante la formación del precipitado.

NITRATOS 3 mL [0.25 M]	HCl 1 mL [1 M]	NH ₄ OH 2 mL [0.25 M]	K ₂ CrO ₄ 2 mL [0.25 M]	KI 2 mL [0.25 M]
AgNO₃				
Pb(NO₃)₂				
Hg(NO₃)				
Hg(NO₃)₂				
CuCl₂				
FeCl₃				

Los resultados de la tabla anterior se sustentarán con imágenes, en donde se aprecien las propiedades cualitativas de cada uno de los tubos al final de la primera parte de la práctica.

Tabla 7.5: Contenido o mezcla de reactivos en cada tubo de ensayo y el resultado del compuesto que precipita.

NITRATOS 3 mL [0.25 M]	HCl 1 mL [1 M]	NH ₄ OH 2 mL [0.25 M]	K ₂ CrO ₄ 2 mL [0.25 M]	KI 2 mL [0.25 M]
AgNO ₃				
Pb(NO ₃) ₂				
Hg(NO ₃)				
Hg(NO ₃) ₂				
CuCl ₂				
FeCl ₃				

Tabla 7.6: Cambios de color ocasionados por la adición de otras disoluciones.

NITRATOS 3 mL [0.25 M]	HCl 1 mL [1 M]	NH ₄ OH 2 mL [0.25 M]	K ₂ CrO ₄ 2 mL [0.25 M]	KI 2 mL [0.25 M]
AgNO ₃				
Pb(NO ₃) ₂				
Hg(NO ₃)				
Hg(NO ₃) ₂				

Segunda parte

Los cambios que se observen en el filtrado de la mezcla de todas las soluciones realizadas se registran en la siguiente tabla:

Tabla 7.7: Contenido o mezcla de reactivos en cada tubo de ensayo y observaciones del compuesto que precipita.

TUBOS	1	2	3	4	5	6	7	8
REACTIVOS	H ₂ SO ₄	Na ₂ CO ₃	NaOH + (NH ₄) ₂ S	K ₂ CrO ₄	KI	KSCN	K ₄ [Fe(CN) ₆]	SnCl ₂
OBSERVACIONES								5 gotas+p.e

Tercera parte

Los cambios que sean observados durante la adición de reactivos a las muestras de agua para la identificación de cationes se presentan a continuación.

Tabla 7.8: Resultados de suspensión de cationes en muestras de agua.

Reactivo	Agua llave	Agua lluvia	Agua potable	Agua superficial	Agua profunda
HCl					
NH ₄ OH					
K ₂ CrO ₄					
KI					
H ₂ SO ₄					
KSCN					
Na ₂ CO ₃					
NaOH + (NH ₄) ₂					
K ₄ Fe(CN) ₆					

Tabla 7.9: Resultados de suspensión de cationes en muestras de agua.

Reactivo	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
HCl			
NH ₄ OH			
K ₂ CrO ₄			
KI			
H ₂ SO ₄			
KSCN			
Na ₂ CO ₃			
(CNH ₄) ₂			
K ₄ Fe(CN) ₆			

1.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

1.7 Cuestionario

- 1.- ¿De qué depende la solubilidad de cada uno de los iones?
- 2.- ¿Es necesario llevar a baño maría los precipitados? ¿Por qué?
- 3.- ¿Cuál es el reactivo de grupo y por qué se llama así?
- 4.- ¿Cuál de los precipitados formados es el más soluble? Ordénalos en orden creciente de solubilidad, utilizando los valores de solubilidad de cada precipitado.
- 5.- Todos los precipitados físicamente ¿Son iguales? Describa cada uno de ellos.
- 6.- ¿Qué es un precipitado? Explique las clases de precipitados.
- 7.- ¿Qué relación existe entre los valores obtenidos de K_{ps} y su solubilidad?

- 8.- ¿De qué factores depende la formación de precipitados?
9. ¿Por qué se forma un precipitado?

Bibliografía

Carbajal L., Mella R., Fredes L., Contreras M., Pinto A. (2011). Laboratorio No.1 Análisis cualitativos de cationes. Ingeniería en Minas. Universidad Tecnológica de Chile.

Fernández A. (2001). Análisis cualitativo. Marcha analítica de cationes. Laboratorio de Química Analítica. Universidad Central de Venezuela.

Flores C. Marcha analítica de cationes. [online]. Disponible en: http://www.academia.edu/7391792/MARCHA_ANALITICA_DE_CATIONES_GRUPO_1_juntando



8. Electrocoagulación

8.1 Objetivos

- Comprender los principios básicos y la puesta en marcha de un proceso de electrocoagulación.
- Determinar la efectividad del método de electrocoagulación para eliminar contaminantes en aguas residuales.
- Comprender las implicaciones del método de electrocoagulación a nivel industrial.

8.2 Introducción

El agua se considera contaminada cuando sus características naturales están alteradas de tal modo que la hace total o parcialmente inadecuada para el uso que ha sido destinada. El agua que no tiene gérmenes o sustancias dañinas es potable, el único tipo de agua que puede consumir el ser humano sin preocuparse por contraer alguna enfermedad. Existen distintas fuentes de contaminación del agua potable, siendo las principales los microorganismos patógenos, desechos orgánicos, sustancias químicas inorgánicas, nutrientes vegetales inorgánicos, compuestos orgánicos y sedimentos y materiales suspendidos.

Toda agua servida o residual debe ser tratada, tanto para proteger la salud pública como para preservar el medio ambiente. El proceso de tratamiento del agua residual se divide en cuatro etapas: pretratamiento, primaria, secundaria y terciaria. En especial, la etapa secundaria tiene como objetivo eliminar la materia orgánica en disolución y en estado coloidal mediante procesos químicos o fisicoquímicos.

Los métodos electroquímicos para el tratamiento de aguas residuales tienen múltiples ventajas; entre ellos, alta compatibilidad ambiental, versatilidad, alta eficiencia energética, posibilidad de automatización y una buena relación costo-beneficio. En adición, los sistemas de tratamiento de agua basados en procesos electroquímicos utilizan como reactivos solamente los electrones de las especies involucradas, lo que facilita la dosificación y el control de sistemas, evitando la adición de químicos o microorganismos y permitiendo la realización de procesos modulares a diferentes escalas.

El proceso tradicional de coagulación consiste en la adición controlada de “coagulantes” basados en iones de Fe^{3+} y Al^{3+} (sulfato férrico, sulfato ferroso, sulfato de aluminio y cloruro de aluminio). Estas sales al estar en disolución tienen la habilidad de formar complejos polinucleares multicargados que permiten la estabilización de las partículas de emulsiones. A diferencia de la coagulación química, el catión coagulante es generado en el agua contaminada por la oxidación electrolítica del ánodo. En este proceso, las especies iónicas son removidas por reacción con: a) un ion de carga opuesta, y b) con los flóculos de hidróxidos metálicos generados. La electrocoagulación tiene las siguientes ventajas: requiere equipos relativamente simples; es fácil de utilizar y su operación es flexible; los flóculos formados por EC son similares a los producidos por coagulación química (excepto que los primeros tienden a ser mucho más largos, contienen menos agua superficial, son ácido-resistentes y son más estables, y por ello pueden ser separados más fácilmente por filtración. En la celda de electrocoagulación, los procesos electrolíticos son controlados eléctricamente sin dispositivos mecánicos, por lo que se requiere de menos mantenimiento. En esta práctica se estudiará el proceso de electrocoagulación de un agua residual de un rastro de ser posible, de lo contrario se realizará el estudio con agua destilada contaminada con mayonesa.

8.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 1 celda de electrocoagulación (25x20x10 cm) o un vaso de precipitados de 100 mL
- 2 caimanes recubiertos
- 3 vasos de precipitados
- 2 matraces aforados de 50 mL
- 1 electrodo bandera de hierro 5x5 cm
- 1 electrodo bandera de aluminio de 5x5 cm
- Soporte universal y pinzas
- 1 perilla
- 1 piseta
- Papel para secar
- 1 paño y solución (alúmina) para pulir electrodos
- 1 barra magnética

EQUIPO

- Potenciostato/galvanostato/
Fuente de poder
- Balanza analítica
- Pulidora
- Potenciómetro
- Parrilla de agitación
- Espectrofotómetro y reactivos necesarios para determinar la DQO

REACTIVOS

- Agua destilada
- Muestra de Agua Residual
- Solución de NaOH [1 M]
- Solución de H_2SO_4 [1 M]
- Alúmina en polvo

8.4 Procedimiento

Antes de realizar la práctica verificar que el material este limpio y seco, que se tenga una preparación básica acerca del uso del potenciostato y las condiciones de seguridad

necesarias. El procedimiento que se detalla a continuación tiene como objetivo servir como guía, cualquier otro cambio debe ser discutido con el profesor.

- Preparar 50 mL de las soluciones de NaOH [1M] y H₂SO₄ [1M] empleando los matraces aforados.
- Pulir mecánicamente los electrodos de trabajo (cobre y carbón vítreo) a superficie espejo, empleando el paño y la solución de alúmina. *Nota: Agregue únicamente un par de gotas de la solución de alúmina, ya que de otra forma no se podrá alcanzar un pulido a espejo, y el material se “rayará” considerablemente. Una sola cara del electrodo siempre se debe mantener en contacto con el paño, de forma homogénea y con presión uniforme.*
- Desengrasar los electrodos de Al y Acero con la solución de NaOH y enjuagarlos con agua destilada.
- Decapar las placas de los electrodos de Aluminio y Acero con una solución de ácido sulfúrico al 5% durante 1 minuto y enjugar con agua destilada.
- Limpiar de cualquier suciedad el interior de la celda.
- Colocar las placas de los limpias en la celda y conectar de acuerdo con una celda electroquímica de tipo batch.

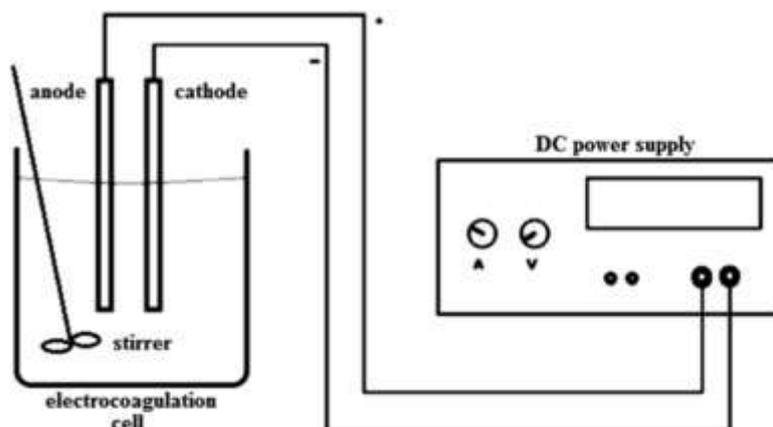


Figura 8.1: Montaje de electrodos en la celda de electrocoagulación.

- Tomar una muestra inicial y analizar el pH y DQO.
- Ajustar la perilla de la fuente a una densidad de corriente de 1 A /cm² y encender la fuente
- Registrar voltaje e intensidad de corriente a intervalos de 30 s
- Tomar muestras de agua cada 3 minutos (seno del líquido) y determinar pH, DQO y conductividad.
- Repetir los experimentos con 5 y 10 A/cm²

1.5 Resultados

- Para cada uno de los experimentos realizar gráficas de corriente y voltaje vs tiempo.
- Determinar la cantidad de energía aplicada y el costo asociado a la realización del proceso.
- Realice anotaciones de las observaciones obtenidas durante el desarrollo de la práctica, como cambios de color, cantidad de burbujas, presencia de precipitados, etc.
- Realizar gráficas de pH, DQO y conductividad (si es posible) para cada uno de los procesos en función del tiempo.
- Escriba las reacciones que ocurren en el cátodo y ánodo.
- Determine la variación de concentración de Al^{+3} en el sistema a cada uno de los tiempos de reacción.

1.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que usted considere importante para mejorar la presente actividad experimental. Ponga especial énfasis en los cambios físicos del agua residual durante los experimentos, si es posible mida turbidez o compárela cualitativamente.

1.7 Cuestionario

- 1-. ¿Cuál es la diferencia fundamental entre el proceso de coagulación y el de electrocoagulación?
2. ¿Cuál de los dos métodos es más económico?
3. ¿Qué otras ventajas presenta la electrocoagulación?
4. ¿En qué condiciones es este método aplicable en los sistemas de tratamiento de agua?
5. Mencione al menos 3 sustancias que no son removibles usando el método de electrocoagulación en los sistemas de tratamientos de agua

Bibliografía

Asselin, M., Drogui, P., Benmoussa, H., & Blais, J.F. (2008). Effectiveness of electrocoagulation process in removing organic compounds from slaughterhouse wastewater using monopolar and bipolar electrolytic cells. *Chemosphere*, 72(11), 1727-1733.

Stuetz, Richard M., and T. Stephenson, eds. *Principles of water and wastewater treatment processes*. Iwa Publishing, 2009.

American Public Health Association, and American Water Works Association. *Standard methods for the examination of water and wastewater*. American public health association, **1989**.

Russell, David Lloyd. *Tratamiento de aguas residuales: un enfoque práctico*. Reverté, **2012**.

Liu, H., Zhao, X., & Qu, J. (2010). Electrocoagulation in water treatment. In *Electrochemistry for the Environment* (pp. 245-262). Springer, New York, NY.



9. Oxidación Avanzada de compuestos orgánicos

9.1 Objetivos

- Comprender los principios básicos y puesta en marcha de un proceso de oxidación avanzada utilizando la generación electroquímica de OH.
- Determinar la efectividad del método de oxidación avanzada para eliminar la presencia de colorantes.
- Comprender las aplicaciones del método de oxidación avanzada a nivel industrial.

9.2 Introducción

Varios estudios recientes sobre el tratamiento de aguas residuales se han enfocado en la oxidación de los contaminantes orgánicos persistentes disueltos en el agua, compuestos difíciles de degradar mediante procesos biológicos convencionales. Los métodos basados en la oxidación química o fotoquímica de dichos contaminantes constituyen un grupo de tecnologías denominadas genéricamente como Procesos de Oxidación Avanzada. Los Procesos de Oxidación Avanzada (AOPs “Advanced Oxidation Processes”, por sus siglas en inglés) son procesos fisicoquímicos capaces de provocar cambios en la estructura de los contaminantes mediante el ataque a los enlaces que lo constituyen o al favorecimiento de formación de nuevos enlaces. Los AOPs involucran la generación y uso de especies de corto tiempo de vida que tienen un gran poder oxidante debido a su elevado potencial redox, en particular, los iones hidroxilo OH (2.80 V) han encontrado una amplia aplicación debido a la facilidad de generación por diferentes fuentes.

La generación de radicales libre hidroxilo puede provocar diferentes reacciones con el compuesto orgánico:

- Captura de hidrógeno y formación de radicales orgánicos.
 - $\cdot\text{OH} + \text{RH} \rightarrow \text{R}\cdot + \text{H}_2\text{O}$

- La formación de Radicales orgánicos promueve una serie de reacciones con o sin oxígeno del aire que dan lugar a la mineralización del compuesto orgánico, i.e. la formación de CO₂.
 - $R^{\bullet} + O_2 \rightarrow ROO^{\bullet}$
- Existe una amplia posibilidad de reacciones con los radicales OH, que se muestran a continuación.

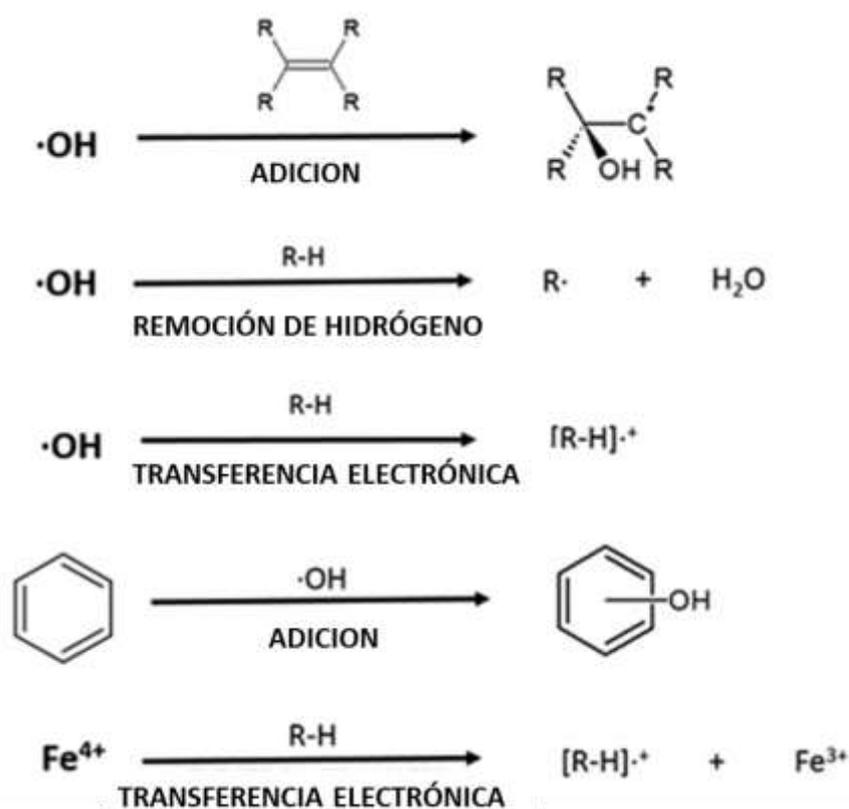


Figura 9.1: Posibles reacciones de los radicales OH con compuestos orgánicos.

Los AOPs se clasifican en procesos fotoquímicos y no fotoquímicos, en función de la utilización o no de radiaciones luminosas en el proceso. En la tabla 9.1 se indican algunos de los más utilizados.

Tabla 9.1: Comparación de procesos de oxidación foto y no fotoquímicos.

Procesos no fotoquímicos	Procesos fotoquímicos
Ozonización	Ultravioleta de vacío
Ozonización con H ₂ O ₂ /O ₃	UV/H ₂ O ₂
Procesos Fenton (Fe ²⁺ /H ₂ O ₂) y relacionados	UV/O ₃
Oxidación Electroquímica	Foto-Fenton y relacionadas
Radiólisis y tratamiento con haces de electrones	Fotocatálisis heterogénea:
Plasma no térmico	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Con semiconductores ▪ Con sensibilizadores orgánicos o complejos metales de transición
Descarga electrohidráulica y ultrasonidos	
Oxidación en agua sub y supercrítica	

En particular, los AOPs que utilizan oxidación electroquímica tienen varias aplicaciones ya que no se requiere de la adición extra de reactivos; el único reactivo son los electrones aplicados con el electrodo adecuado para la generación de especies activas. Esta técnica es útil a pequeñas y grandes escalas:

- Los contaminantes se destruyen, no se concentran ni cambian de fase.
- Puede alcanzarse la mineralización total de los contaminantes orgánicos.
- Usualmente no generan barros que requieran tratamiento y/o eliminación.
- Son útiles para eliminar contaminantes refractarios que resisten otros métodos de tratamiento, principalmente el biológico. Mejoran la biodegradabilidad del agua residual, permitiendo acoplar un tratamiento biológico posterior.

La elección del material del electrodo es de fundamental importancia, ya que dependiendo de su naturaleza se pueden llevar a cabo diferentes procesos. Entre estos, procesos de transferencia de electrón, procesos que implican la formación de radicales hidroxilo y procesos en donde los contaminantes reaccionan con los oxidantes producidos por sales contenidas en el electrolito. En general, existe una clasificación de material anódico, mostrados en la tabla 9.2

Tabla 9.2: Clasificación de los electrodos de acuerdo con su capacidad de formar oxígeno.

Material	Clase	Potencial de Evolución de Oxígeno (vs ENH)
RuO ₂	1	1.47
IrO ₂	1	1.52
Pt	1	1.60
Grafito	1	1.70
SnO ₂	2	1.90
PbO ₂	2	1.90
Diamante Dopado con Boro (BDD)	2	2.30

En los electrodos de clase 1, también llamados activos, el radical hidroxilo producido interactúa directamente con la superficie del catalizador, y, por lo tanto, llevan a cabo procesos directos de transferencia de electrones con las moléculas orgánicas dando lugar a la formación de productos poliméricos adsorbidos. Por otro lado, los materiales de clase 2, también llamados inactivos, forman radicales hidroxilos que no están directamente adsorbidos en la superficie del catalizador, y de esta forma, pueden reaccionar con las moléculas orgánicas en una zona cercana al electrodo, sin la formación de subproductos en la superficie del catalizador.

En esta práctica se evaluará el efecto de dos materiales, clase 1 y 2 para la degradación de una muestra de agua residual que contenga materia orgánica de difícil degradación, como son los colorantes y los compuestos fenólicos.

9.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 1 celda electroquímica de tres electrodos (100 mL), o en su defecto un vaso de precipitados de 100 mL
- 3 caimanes recubiertos
- 1 electrodo de referencia de calomel
- 1 barra de grafito como contraelectrodo
- 1 electrodo de BDD 5 cm²
- 1 electrodo de grafito o carbón vítreo 5 cm²
- 1 soporte universal y pinzas
- 1 perilla
- 1 piseta
- Papel para secar
- 1 paño y solución (alúmina) para pulir electrodos

EQUIPO

- Potenciostato/galvanostato
- Balanza analítica
- Pulidora
- Potenciómetro
- Parrilla de agitación
- Espectrofotómetro

REACTIVOS

- Agua destilada

- 1 barra magnética.
- Pigmento Remazol Brilliant Orange 3R
- K_2SO_4
- H_2SO_4

9.4 Procedimiento

- Preparar 250 mL de una disolución que contenga 50 mg/L del pigmento Remazol Brilliant Orange 3R, K_2SO_4 [0.1 M] y H_2SO_4 [0.1 M] como electrolitos soporte.
- Limpiar el electrodo de diamante dopado con boro. Limpiar el electrodo de carbón vítreo (grafito) con acabado espejo.
- Limpiar la celda de 3 electrodos y colocarla sobre la parrilla de agitación con la ayuda del soporte universal, colocar el agitador magnético.
- Tomar una muestra de la solución modelo y analizar sus propiedades: color, pH y espectro de adsorción UV-Vis.
- Colocar los electrodos de acuerdo con el diagrama mostrado en la figura 8.1 y colocar la solución modelo.
- Conectar los electrodos, electrodo de trabajo BDD, contraelectrodo barra de grafito y electrodo de referencia Ag-AgCl.
- Encender el potencióstato y la agitación de la muestra.
- Programar una cronoamperometría a una densidad de corriente de $100 A cm^2$ durante 45 min. Una vez asegurado que los cables están conectados y en la posición adecuada, dar “start” a la rutina.
- Guardar los datos de I, V y t.
- Tomar muestras cada 7 minutos y analizar, color, pH y tomar el espectro UV-vis
- Repetir los pasos 5-10 con electrodo de trabajo de grafito y soluciones nuevas.

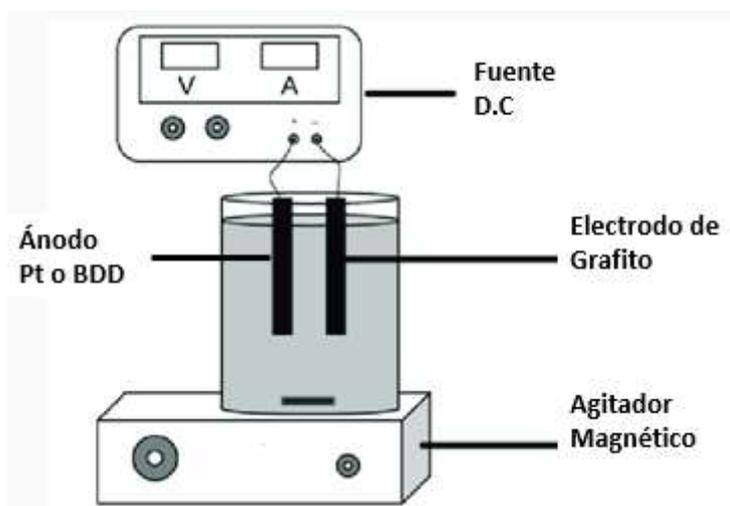


Figura 9.1: Montaje de electrodos en la celda de oxidación avanzada.

9.5 Resultados

- Con ayuda de un software, realizar las gráficas de I vs t y V vs t. Explicar los resultados obtenidos.
- Determinar la cantidad de energía aplicada y el costo asociado a la realización del proceso y la cantidad teóricas de radicales producidos y de Hidrógeno.
- Realice las anotaciones de las observaciones obtenidas durante el desarrollo de la práctica, como cambios de color, cantidad de burbujas, presencia de precipitados, etc.
- Realizar gráficas de pH, absorbancia y conductividad (si es posible) para cada uno de los procesos en función del tiempo.
- Escriba las reacciones que ocurren en el cátodo y en el ánodo
- Determine la variación de concentración del pigmento en función del tiempo
- Realice una extrapolación para determinar el tiempo necesario para eliminar todo el pigmento.

9.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

9.7 Cuestionario

1. Describa el proceso de oxidación avanzada en sus propias palabras.
2. Explique cuáles son las ventajas de los procesos de oxidación avanzada.
3. En que situaciones la aplicación de oxidación avanzada es idónea.
4. ¿Es posible eliminar sustancias que son más propensas a reducirse?
5. ¿Por qué es importante la elección de electrodo para los procesos de oxidación avanzada?

Bibliografía

Pera-Titus, M., García-Molina, V., Baños, M. A., Giménez, J., & Esplugas, S. (2004). Degradation of chlorophenols by means of advanced oxidation processes: a general review. *Applied Catalysis B: Environmental*, 47(4), 219-256.

Parsons, S. (Ed.). (2004). *Advanced oxidation processes for water and wastewater treatment*. IWA publishing.

American Public Health Association, and American Water Works Association. *Standard methods for the examination of water and wastewater*. American public health association, **1989**.

Hmani, E., Elaoud, S. C., Samet, Y., & Abdelhédi, R. (2009). Electrochemical degradation of waters containing O-Toluidine on PbO₂ and BDD anodes. *Journal of hazardous materials*, 170 (2-3), 928-933.



Esta práctica debe ser realizada en dos sesiones o en solo una de al menos 4 horas.

10. Determinación de la demanda Bioquímica de Oxígeno DBO

10.1 Objetivos

- Realizar la determinación de la DBO de cinco días en aguas residuales mediante la medición de la tasa de captación de oxígeno disuelto por oxidación bioquímica de la materia orgánica.
- Interpretar los resultados de la DBO dependiendo del origen de la muestra, a la normatividad y el tratamiento aplicado.
- Determinar la concentración de oxígeno disuelto a diferentes tipos de muestras.
- Comprender la importancia de la DBO como parámetro de control en procesos de tratamiento secundario.

10.2 Introducción

La demanda bioquímica de oxígeno (DBO) es la cantidad de oxígeno consumido para la degradación bioquímica de la materia orgánica contenida en la muestra durante un intervalo de tiempo específico y a una temperatura determinada. La muestra o una dilución de esta es incubada por 5 días a 20 °C en la oscuridad. Se mide la concentración de oxígeno disuelto antes y después de la incubación, y el consumo de oxígeno corresponde a la DBO₅. Uno de los ensayos más importantes para determinar la concentración de la materia orgánica de aguas y aguas residuales es el ensayo de DBO a cinco días.

Esencialmente, la DBO es una medida de la cantidad de oxígeno utilizado por los microorganismos en la estabilización de la materia orgánica biodegradable, bajo condiciones aerobias, en un período de 5 días y a 20 °C. La demanda bioquímica de oxígeno es una prueba de gran valor en el análisis de los efluentes de aguas negras. En los procesos naturales de purificación de ríos y corrientes, los contaminantes de las aguas negras y otras sustancias orgánicas se oxidan debido a la acción bacteriana, utilizando el oxígeno disuelto del agua. En esta forma, las aguas negras que penetran en una corriente eliminan el oxígeno disuelto cuando la contaminación es excesiva, dará como resultado la destrucción de la vida

vegetal y animal. La DBO es la única prueba que indica directamente la cantidad de oxígeno que consumirán los procesos naturales para estabilizar la materia orgánica.

El ensayo de DBO es un proceso de oxidación húmeda en la cual los microorganismos son el medio para oxidar la materia orgánica en dióxido de carbono y agua. Es posible interpretar los valores de DBO en términos de materia orgánica mediante relaciones cuantitativas que expresan matemáticamente la relación entre la concentración de materia orgánica y la cantidad de oxígeno requerido para convertirla en dióxido de carbono, agua y amoníaco.

En la realización de la prueba deben considerarse dos aspectos importantes: primero, el agua puede tener un inóculo adecuado de bacterias, pero si se trata de agua residual industrial poco cargada de bacterias, habrá que añadir un inóculo. El segundo, la solubilidad del oxígeno en el agua es muy limitada, por lo que para valores altos de DBO deben hacerse diluciones.

La demanda bioquímica de oxígeno se usa como medida de la cantidad de oxígeno requerida para la oxidación de la materia orgánica biodegradable presente en la muestra de agua y como resultado de la acción de oxidación bioquímica aerobia. La demanda de oxígeno de las aguas residuales es resultado de 3 tipos de materiales.

Uno de los ensayos más importantes para determinar la concentración de la materia orgánica de aguas y aguas residuales es el ensayo de DBO a cinco días.

Esencialmente, la DBO es una medida de la cantidad de oxígeno utilizado por los microorganismos en la estabilización de la materia orgánica biodegradable, bajo condiciones aerobias, en un período de 5 días y a 20 °C.

El ensayo de DBO es un proceso de oxidación húmeda en la cual los microorganismos son el medio para oxidar la materia orgánica en dióxido de carbono y agua. Es posible interpretar los valores de DBO en términos de materia orgánica mediante relaciones cuantitativas que expresan matemáticamente la relación entre la concentración de materia orgánica y la cantidad de oxígeno requerido para convertirla en dióxido de carbono, agua y amoníaco.

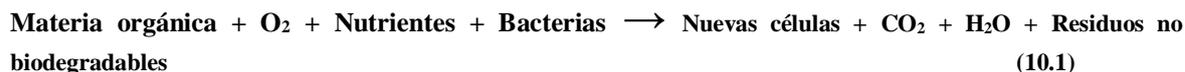
En la realización de la prueba deben considerarse dos aspectos importantes: primero, el agua puede tener un inóculo adecuado de bacterias, pero si se trata de agua residual industrial poco cargada de bacterias, habrá que añadir un inóculo. El segundo, la solubilidad del oxígeno en el agua es muy limitada, por lo que para valores altos de DBO deben hacerse diluciones.

La demanda bioquímica de oxígeno se usa como medida de la cantidad de oxígeno requerida para la oxidación de la materia orgánica biodegradable presente en la muestra de agua y como resultado de la acción de oxidación bioquímica aerobia. La demanda de oxígeno de las aguas residuales es resultado de 3 tipos de materiales.

- Materiales orgánicos carbónicos, utilizables como fuente de alimentación por organismos aerobios.

- Nitrógeno oxidable, derivado de nitritos, amoníaco, y en general, de compuestos orgánicos nitrogenados que sirven como alimentación para bacterias específicas.
- Compuestos químicos reductores (iones ferrosos, sulfitos y sulfuros) que se oxidan por oxígeno disuelto.

Se utiliza el procedimiento de bioensayos que consiste en medir el oxígeno consumido por los organismos vivos (principalmente bacterias), al utilizar como alimento a la materia orgánica presente en el desecho, bajo condiciones aerobias y favorables en cuanto a nutrientes, donde la reacción bioquímica se puede representar por la siguiente reacción:



Se requiere estequiométricamente que la cantidad de oxígeno utilizado en cualquier punto del proceso sea proporcional a la cantidad total de materia orgánica que ha sufrido transformación, o igualmente proporcional al grado de desarrollo al que ha llegado la reacción en ese punto del proceso.

Se ha encontrado, que un alto porcentaje de la DBO total se logra en 5 días, aproximadamente 70-80% en aguas residuales domésticas e industriales, por consiguiente, el período de 5 días se ha aceptado como patrón; el porcentaje exacto depende del carácter del inóculo y de la naturaleza de la materia orgánica, que puede ser determinada experimentalmente.

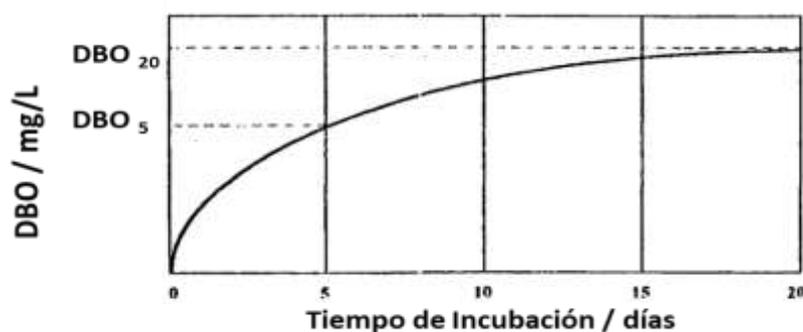


Figura 10.1: Curva característica de DBO5 por oxidación de la materia orgánica.

Los resultados de la prueba pueden ser muy variables y en general dependen mucho de las siguientes condiciones:

- **La temperatura** es uno de los factores más importantes en un sistema biológico. Los cambios de temperatura producirán un aumento o reducción de la velocidad de reacción. La temperatura generalmente utilizada es de 20 °C, que es la media de los cuerpos en aguas naturales.

- **pH:** Los organismos responsables de la degradación de la materia orgánica generalmente ejercen su acción dentro de un intervalo de pH entre 6.5 y 8.3.

La siguiente figura muestra la variación del porcentaje de RBO₅ óptimo con respecto al pH

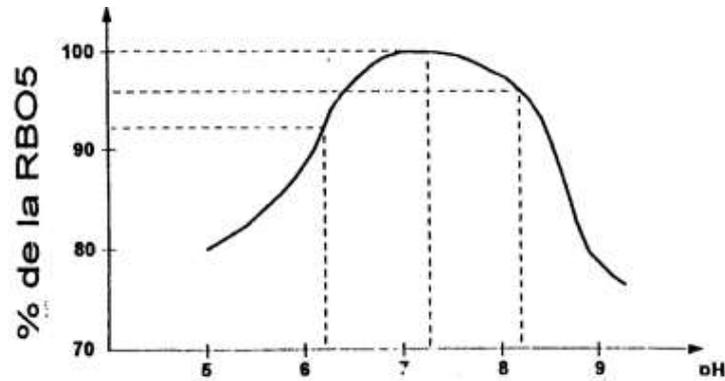


Figura 2. Variación de la DBO₅ con respecto al pH.

- **Nutrientes:** Las bacterias requieren nutrientes orgánicos e inorgánicos para su metabolismo. El nitrógeno y el fósforo son los más importantes.
- **Población bacteriana:** La alimentación de la siembra es el aspecto que comúnmente se olvida. La mayor parte de los desechos industriales no cuentan con organismos perfectamente alimentados y mucho menos el agua de dilución que se utiliza.
- **Toxicidad:** Son muchos los compuestos tóxicos para los microorganismos. Concentraciones altas de estos compuestos pueden matar a la población microbiana o reducirla considerablemente.

Las mediciones de DBO₅, que incluyen las demandas de oxígeno carbonácea y nitrogenácea generalmente no son usuales, por esto, donde sea necesario se usa un inhibidor químico para prevenir la oxidación del amoníaco. Así se pueden medir separadamente ambas demandas.

La extensión de la oxidación de los compuestos nitrogenados durante el período de incubación de 5 días depende de la presencia de microorganismos capaces de efectuar la oxidación.

Tales organismos generalmente no están presentes en los desechos crudos o efluentes primarios; para oxidar cantidades significativas de las formas reducidas del nitrógeno en la prueba de DBO₅, muchos efluentes de plantas de tratamiento biológicas contienen un número significativo de organismos nitrificantes, pudiendo ocurrir en tales muestras la oxidación de compuestos nitrogenados. Entonces se recomienda inhibir la nitrificación para muestras inoculadas con efluentes secundarios y para muestras de agua contaminada.

Es importante mencionar que debido a los múltiples factores que afectan la calidad y reproducibilidad del resultado, las muestras deben seguir instrucciones específicas durante el muestreo. Se debe analizar la muestra inmediatamente o enfriarla hasta una temperatura próxima a la congelación durante el almacenamiento. Sin embargo, se debe reducir al mínimo, el tiempo de almacenamiento y llevar la muestra a 20 °C antes del análisis.

Muestras simples: Si se va a almacenar la muestra, conservarla a 4 °C hasta por 6 horas. No efectúe el análisis después de 24 horas.

Muestras Mixtas: Conserve la muestra a 4 °C durante la mezcla, limite al periodo de mezcla a 24 horas y una vez que tenga la muestra compuesta se deben tener en cuenta las mismas consideraciones de almacenamiento que para la muestra simple.

Se recomienda revisar los siguientes conceptos para mejorar el entendimiento de la parte experimental.

- Reacción principal que ocurre en la determinación de DBO.
- Proceso de variación de Oxígeno Disuelto en aguas naturales.
- Material orgánico biodegradable y no biodegradable.
- Determinación de Oxígeno Disuelto.

10.3 Material, equipo y reactivos

MATERIAL

- 3 matraces aforados de 1 L
- 3 vasos de 250 mL
- 1 espátula
- 1 pipeta
- 1 propipeta
- Etiquetas
- 1 termómetro
- 5 botellas de incubación Winkler de 250 - 300 mL de capacidad
- 3 pipetas graduadas de 10 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 probeta de 1L (para 1ra sesión)

EQUIPO

- Balanza analítica
- Incubadora de aire o baño de agua controlado por termostato a 20 ± 1 °C
- 1 Estufa

REACTIVOS

- Solución tampón de fosfatos: Fosfato monobásico de potasio (KH_2PO_4), monohidrogenofosfato de potasio anhidro (K_2HPO_4),

- 1 matraz Erlenmeyer de 250 mL
 - 1 matraz Erlenmeyer de 125 mL
 - 1 bureta 50 mL
 - 1 soporte universal
 - Pinzas para bureta
 - 1 piseta
 - 1 pinza de nuez
 - 2 pipetas graduadas de 2 mL
 - 1 vaso de precipitados de 50 mL
- Monohidrógeno fosfato de sodio heptahidratado ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), cloruro de amonio (NH_4Cl)
- Solución Amortiguadora de fosfato de amonio de pH 7.2
 - Solución de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ al 2.25%
 - Solución de CaCl_2 al 2.75%
 - Solución de cloruro férrico: FeCl_3 0.025%
 - $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
 - Solución de cloruro de amonio: NH_4Cl
 - Solución de $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ al 40%
 - Ácido sulfúrico H_2SO_4 concentrado y 1N
 - NaOH 1N
 - Solución de Tiosulfato de sodio: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 N.
 - Solución de sulfito sódico: Na_2SO_3
 - Solución de Almidón al 0.5%
 - Inhibidor de la nitrificación: 2-cloro-6 (triclorometil) piridina.
 - Agua destilada
 - Tiosulfato de sodio pentahidratado: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
 - Sulfato de manganeso: MnSO_4
 - Azida de sodio: NaN_3
 - Yoduro de potasio: KI o yoduro de sodio: NaI
 - Hidróxido de potasio: KOH
 - Dicromato de potasio: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

3.4 Procedimiento

La incubadora de aire o baño de agua debe estar controlada por termostato a 20 ± 1 °C. Elimine la luz para evitar la posibilidad de producción fotosintética de OD.

10.4.1 Preparación de soluciones

- Solución amortiguadora de Fosfatos: Disuelva 8.5 g de KH_2PO_4 , 21.75 g de K_2HPO_4 , 33.4 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y 1.7 g de NH_4Cl en 500 mL de agua destilada, diluya hasta un litro.
- Solución de sulfato de magnesio: Disuelva 22.5 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluya hasta un litro.
- Solución de cloruro calcio: 27.5 g de CaCl_2 en agua destilada, diluya hasta un litro.
- Solución de cloruro férrico: Disuelva 0.25 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluya a un litro.
- Solución de cloruro de amonio: Disuelva 1.15 gr. de NH_4Cl en unos 500 mL de agua destilada, ajuste el pH a 7.2 con NaOH y diluya a un litro.

Para la Preparación de la Muestra

- Solución de H_2SO_4 [1N]: 28 mL de H_2SO_4 del 97% de pureza y 1.84 de densidad hasta un litro.
- NaOH 1N: Disuelva 40 g de NaOH en un litro de solución.
- Solución de sulfito sódico: Disuelva 1.575 g de Na_2SO_3 en un litro de solución.
- Inhibidor de la nitrificación: 2-cloro-6 (triclorometil) piridina.
- Solución de glucosa ácido glutámico: Seque glucosa y ácido glutámico calidad reactivo a 103 °C durante 1 hora. Pese 150 mg de glucosa y 150 mg de ácido glutámico disueltos en agua destilada y diluya hasta un litro.

10.4.2 Métodos

Valoración de la disolución de tiosulfato de sodio. Verter una alícuota de 10 a 20 mL de solución de dicromato de potasio, medido con pipeta volumétrica y adicionar 1 g de KI, 3 mL de HCl [6N] y una pizca de bicarbonato de sodio. Diluir 50 mL con agua destilada, agitar, tapar el matraz y dejar en la oscuridad durante 5 minutos. Lavar las paredes del matraz con agua destilada y valorar con la solución de tiosulfato de sodio hasta que la coloración de la solución cambie de pardo rojizo a amarillo, en este momento se adiciona 1 mL de almidón al 1% y se continúa la adición de tiosulfato hasta que la solución cambie de azul a incoloro.

$$N \text{ de tiosulfato} = \frac{V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \times N(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{\text{mL gastados de tiosulfato}}$$

donde:

N = Normalidad del dicromato de potasio

V = Volumen de dicromato

Nota: El agua de dilución se prepara conteniendo los nutrientes necesarios para la actividad biológica, además se airea para saturarla de oxígeno, antes de mezclarla con el agua residual. El siguiente cuadro muestra las diluciones recomendadas para la determinación

0.1 – 1.0 % Desechos industriales concentrados

1 – 5 % Aguas negras crudas o sedimentadas

5 – 25 % Efluentes oxidados

25 – 100 % Aguas fluviales

Para la preparación del agua de dilución se requiere airearla hasta la saturación y agregar 1 mL de cada uno de los nutrientes por cada litro de agua de dilución. En esta práctica se realizará la prueba de DBO para 2 diluciones. Por lo tanto, se requiere preparar 2 litros de agua de dilución y seguir el siguiente procedimiento.

- Aforar 2 litros de agua destilada, colocar en un recipiente y agregar:
 - 2 mL de solución amortiguadora.
 - 2 mL de Sulfato de Magnesio
 - 2 mL de Cloruro de Calcio
 - 2 mL de Cloruro Férrico.
- Mezclar.
- Instalar el aireador en el recipiente que contiene el agua destilada y los nutrientes.

Usar dos diluciones diferentes, para prepararlas seguir el procedimiento que se indica a continuación:

- Con ayuda de una probeta, agregar las cantidades correspondientes según sea el caso: Dilución al 0.5 % Dilución al 1 % Dilución al 5 %
- Llenar 2 frascos Winkler de 300 mL con cada una de las diferentes diluciones, rotular (con fecha y % de dilución)
- Guardar un frasco de cada dilución en la incubadora a 20 °C para su análisis posterior.
- Con los 2 frascos Winkler restantes se determinará el oxígeno disuelto inicial.
- Con ayuda de una pipeta graduada, agregar a cada frasco Winkler:
 - 2 mL de Sulfato Manganoso
 - 2 mL de Alkali-Yoduro-Nitrato
- Tapar el frasco, verter el excedente y mezclar invirtiéndolo 15 veces. Se formará un precipitado.
 - Precipitado blanco indica ausencia de oxígeno
 - Precipitado café o amarillo indica presencia de oxígeno

- Esperar a que sedimente el precipitado hasta el hombro de la botella, y vuelva a mezclar nuevamente.
- Añadir 2 mL de Ácido Sulfúrico [0.2 N] tapar y mezclar. El precipitado se disolverá y el oxígeno quedará fijado.
- Con ayuda de una probeta medir 200 mL de la muestra y colocarlos en un matraz Erlenmeyer.
- Agregar 2 gotas de almidón que actuará como indicador.
- Llenar una bureta con Tiosulfato de Sodio [0.025 N] hasta la marca de cero.
- Colocar el matraz en el agitador (debajo de la bureta) y añadir una pastilla agitadora y encender el agitador.
- Dosificar el Tiosulfato de Sodio hasta que la muestra regrese al color original (frasco Winkler), cuantificar la cantidad necesaria de Tiosulfato para el cambio de color.

La cantidad en mL de Tiosulfato de Sodio utilizado corresponde directamente a los mg/l de oxígeno disuelto en dicha muestra.

El valor obtenido con este procedimiento corresponde al valor de OD inicial, repetir este procedimiento a los 5 días de incubación de las muestras para obtener el valor de OD final

10.4.3 Preparación y control del agua de dilución

Mida el volumen de agua necesario y adicione 1 mL por cada litro de cada una de las soluciones de sulfato de magnesio, cloruro de calcio, cloruro férrico y amortiguadora de fosfato.

Si desea inocule agua de dilución, utilizando simientes, como se especifica más adelante. Antes de usar el agua de dilución, debe saturarla con oxígeno disuelto agitando en una botella parcialmente llena o aireando con aire filtrado libre de materia orgánica.

Utilice este procedimiento como una comprobación aproximada de la calidad del agua de dilución: Llene dos botellas de Winkler con el agua de dilución. Determine el OD inicial en una de ellas e incube la otra durante 5 días a 20 °C. Al finalizar este tiempo determine el OD final en la botella incubada (el oxígeno disuelto se determina por el método de Winkler o por el método electrométrico).

Si la diferencia entre el OD inicial y final del agua candidata excede de 0.2 mg/L obtenga una muestra de agua mejorando la purificación de otra fuente.

Alternativamente, si se inhibe la nitrificación, almacene el agua de dilución inoculada en una habitación oscura a temperatura ambiente hasta que la captación de oxígeno se haya reducido lo suficiente para cumplir los criterios de control del agua de dilución. No se recomienda su almacenamiento cuando el DBO₅ se va a determinar sin inhibir la nitrificación, ya que pueden desarrollarse organismos nitrificantes durante este tiempo. Compruebe el agua de dilución almacenada para determinar si sigue habiendo suficiente amoníaco después del almacenamiento. Si no, añada solución de cloruro de amonio para proporcionar un total de 0.45 mg de amoníaco/L, en calidad de nitrógeno. Si el agua de

dilución no ha sido almacenada para mejorar su calidad añada suficiente material de siembra como para producir una captación de OD de 0.05 a 0.1 mg/L en 5 días a 20 °C.

La captación de OD en 5 días a 20 °C no debe ser mayor a 0.2 mg/L y no menor de 0.1 mg/L.

10.4.4 Control de glucosa ácido glutámico

Debido a que la prueba del DBO₅ es un bioensayo, sus resultados pueden verse influidos en gran medida por la presencia de sustancias tóxicas o por el uso de material de siembra de baja calidad. Las aguas destiladas suelen estar contaminadas con cobre; algunas simientes cloacales son relativamente inactivas. Con tales aguas y simientes, siempre se obtienen resultados bajos.

Compruebe periódicamente la calidad del agua de dilución, la efectividad de la simiente, y la técnica analítica mediante determinaciones del DBO₅ en compuestos orgánicos y puros y en muestras con adiciones conocidas. En general, para determinaciones del DBO₅ que no requieren una simiente adaptada, utilice una mezcla de 150 mg de glucosa/L y 150 mg de ácido glutámico/L como solución de control patrón. La glucosa tiene una tasa excepcionalmente alta y variable de oxidación, pero cuando se utiliza ácido glutámico, dicha tasa se estabiliza y es similar a la obtenida en muchas aguas residuales. Alternativamente, si un agua residual contiene un componente principal identificable que contribuya al DBO₅, utilice este compuesto en lugar de la glucosa-ácido glutámico.

Determine el DBO de 5 días a 20 °C de una disolución de control patrón de glucosa ácido glutámico incubando una dilución al 2% y determine el OD inicial y final de la solución, El valor de DBO₅ para esta solución patrón debe ser de 198 ± 30.5 mg/L. Si los resultados están fuera de este rango, debe buscar las causas del problema antes de analizar una muestra. También puede comprobar la prueba con solución de glucosa de 300 mg/L. La DBO₅ de esta solución es de $224 \text{ mg/L} \pm 11 \text{ mg/L}$, representa el 70% de la DBO teórica 320 mg/L

10.4.5 Siembra

Fuente de semillas: es necesario tener presente una población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable de la muestra. El agua residual doméstica, los efluentes no clorados o desinfectados por otros medios, de las centrales de tratamiento biológico de los residuos y las aguas de superficie que reciben las descargas de agua residual contienen poblaciones microbianas satisfactorias. Algunas muestras no contienen una población microbiana suficiente (por ejemplo, algunos residuos industriales no tratados, residuos desinfectados, residuos de alta temperatura, o con valores de pH extremos). Para tales residuos, siembre el agua de dilución añadiendo una población de microorganismos. La simiente preferida es el efluente de un sistema de tratamiento biológico procesador de residuos. Cuando no se disponga de ésta, utilice el sobrenadante del agua residual doméstica después de dejarlo reposar a temperatura ambiente durante al menos 1 hora, pero no más de 36 horas. Cuando se utiliza el efluente de un proceso de tratamiento biológico, se recomienda inhibir la nitrificación.

Algunas muestras pueden contener materiales no degradados a las tasas normales por los microorganismos en el agua residual doméstica en reposo. Siembre tales muestras con una población microbiana adaptada obtenida del efluente no desinfectado de un proceso biológico de tratamiento del residuo. En ausencia de tal servicio, obtenga simiente del agua receptora por debajo (preferiblemente de 3 a 8 Km) del punto de descarga. Cuando tampoco se disponga de dichas fuentes de simiente, desarrolle una simiente adaptada en el laboratorio aireando continuamente una muestra de agua residual doméstica en reposo y añadiendo pequeños incrementos diarios de residuos.

De forma opcional, utilice una suspensión de suelo o lodo activado, o una preparación de simiente comercial para obtener la población satisfactoria la cual se determina examinando el comportamiento del inóculo en pruebas de la RBO5 sobre la muestra. Los valores de DBO5 que se incrementan con el tiempo de adaptación hasta alcanzar un valor alto estable, indican que la adaptación del inóculo es buena. Al realizar las pruebas utilice suficiente inóculo para asegurar un número satisfactorio de microorganismos, pero no tanto como para que la demanda del inóculo mismo sea la mayor parte del oxígeno utilizado durante la incubación.

La DBO5 del inóculo se determina como para cualquier otra muestra. Este es el control del inóculo. Con el valor del control del inóculo y conociendo la dilución del material inoculado (cantidad de inóculo en el agua de dilución) se determina el consumo de OD del inóculo. Para determinar el OD consumido en una muestra se sustrae el OD consumido por el inóculo del OD total consumido. El OD consumido por el agua de dilución inoculada debe de estar entre 0.6 y 1.0 mg/L.

10.4.6 Pretratamiento de la muestra

- **Muestras alcalinas o ácidas:** Neutralice a un pH entre 6.5 y 7.5 con una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) o de hidróxido de sodio (NaOH) de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más del 0.5 por 100. El pH del agua de dilución sembrada no debe afectarse por la dilución de la muestra.
- **Muestras que contienen compuestos de cloro residual:** Evite las muestras que contengan cloro residual, tomándolas antes del proceso de cloración. Si la muestra ha sido clorada pero no hay residuo detectable de cloro, siembre el agua de dilución, no ensaye las muestras cloradas / dechloradas sin sembrar el agua de dilución. En algunas muestras, el cloro desaparecerá en un plazo de 1 a 2 horas después de su exposición a la luz. Esto suele ocurrir durante el transporte o la manipulación de la muestra.

Para las muestras en las que el residuo de cloro no se disipa en un tiempo corto razonable, destruya el cloro residual añadiendo solución de Na_2SO_3 . Determine el volumen requerido de solución de Na_2SO_3 en una fracción de 100 a 1000 mL de muestra neutralizada, como sigue: adicione al volumen de muestra, 10 mL de solución de ácido acético 1:1 o 10 mL de H_2SO_4 1:50, y 10 mL de solución de yoduro de potasio (KI 10 g/100 mL) y títule con solución de Na_2SO_3 [0.025 N] hasta el punto final del almidón-yodo. Añada a la muestra neutralizada el volumen relativo de la solución de Na_2SO_3

determinada por la prueba anterior, mezcle y después de 10 a 20 minutos compruebe el cloro residual de la muestra. (Nota: El exceso de Na_2SO_3 ejerce un requerimiento de oxígeno y reacciona lentamente con ciertos compuestos de cloraminas orgánicas que pueden estar presentes en las muestras cloradas.

- **Muestras que contienen otras sustancias tóxicas:** Ciertos residuos industriales, por ejemplo, los residuos del plateado contienen metales tóxicos. Tales muestras requieren tratamientos especiales.
- **Muestras supersaturadas con OD:** En aguas frías, o en aguas donde se produce la fotosíntesis, es posible encontrar muestras que contienen más de 9 mg de OD/L a 20 °C para evitar la pérdida de oxígeno durante la incubación de tales muestras, reduzca el OD hasta la saturación de 20 °C calentando la muestra aproximadamente a 20 °C en frascos parcialmente llenos mientras se agitan con fuerza o se airean con aire limpio, filtrado y comprimido.
- **Ajuste de la temperatura de la muestra:** Poner las muestras a 20 ± 1 °C antes de hacer las diluciones. Inhibición de la nitrificación: Si desea inhibir la nitrificación, añada 3 mg de 2-cloro-6-(triclorometil) piridina (TCMP) a cada frasco de 300 mL antes de taponarlos o añada una cantidad suficiente al agua de dilución para obtener una concentración final de 10 mg/L.

Nota: Es probable que el TCMP puro se disuelva lentamente y puede que flote en la capa superior de la muestra. Algunas fórmulas comerciales se disuelven mejor pero no son TCMP al 100%; ajuste la dosificación en consecuencia. Entre las muestras que requieren inhibición de la nitrificación se incluyen, pero no son las únicas, los efluentes tratados biológicamente, las muestras sembradas con efluentes tratados biológicamente y las aguas fluviales. Debe hacer la observación del uso de inhibición del nitrógeno cuando presente el informe de los resultados.

- **Técnica de dilución:** Las diluciones que dan lugar a un OD residual de al menos 1 mg/L y una captación OD de al menos 2 mg/L después de 5 días de incubación producen los resultados más confiables. Hacer varias diluciones de la muestra preparada para obtener captación de OD en dicho intervalo. La experimentación con una muestra concreta permitirá el uso de un número menor de diluciones. Un análisis más rápido, como el RQO, presenta una correlación aproximada con el RBO_5 y sirve como una guía para seleccionar las diluciones.

En ausencia de datos previos, utilice las siguientes diluciones: 0.0 a 1.0% para los residuos industriales fuertes, 1 a 5 % para las aguas residuales depuradas y brutas, del 5 al 25% para el efluente tratado biológicamente, y del 25 al 100 % para las aguas fluviales contaminadas.

Las muestras se pueden diluir directamente en las botellas de incubación o en recipientes graduados antes de llevarlas a las botellas. El número de botellas a preparar por cada dilución depende de la técnica de medición del OD: y el número de réplicas deseadas. Cuando se usen recipientes graduados para preparar las diluciones y cuando sea necesaria la inoculación, adicionar el inóculo, bien sea

directamente al agua de dilución o a los recipientes individuales antes de la dilución; la inoculación en los cilindros individuales evita la declinación de la proporción del inóculo en la muestra a medida que se incrementan las diluciones. Cuando prepare diluciones directamente en las botellas para RBO_5 y sea necesaria la inoculación, adicione el inóculo directamente al agua de dilución.

10.4.7 Análisis de las muestras

- Cuando se hace la dilución antes de llevar las muestras a las botellas de Winkler: Verter el agua de dilución inoculada en una probeta graduada de un litro hasta la mitad, evitando la entrada de aire. Posteriormente adicionar la cantidad deseada de muestra mezclada y diluya hasta el nivel apropiado con agua de dilución.
- Mezclar con una varilla de agitación tipo émbolo, evitando la entrada de aire. Ver la dilución mezclada en dos botellas de Winkler y determinar el OD inicial en una de ellas; tapar la otra herméticamente con sello hidráulico e incubar por 5 días a 20 °C.
- Después de este tiempo determinar el OD final de las muestras diluidas (Determinar el OD por el método de Winkler).

Si se usa el método del electrodo de membrana para la medición del OD:

- Verter la dilución mezclada en una botella. Sumergir el electrodo para la determinación del OD inicial en ésta y reemplazar el volumen desalojado con la muestra diluida hasta llenar la botella; tapar herméticamente con sello hidráulico e incubar por 5 días a 20 °C. Después, realizar nuevamente la medición del OD final con el electrodo.
- Diluciones preparadas directamente en las botellas de Winkler: Si se usa un método yodométrico de titulación para la medición del OD:
- Utilizar una pipeta volumétrica, adicionar el volumen de muestra en las botellas de Winkler de capacidad conocida, llenar las botellas con agua de dilución, inoculada si es necesario para que el tapón pueda colocarse sin dejar burbujas de aire. Para diluciones mayores de 1:100, hacer una dilución primaria en una probeta graduada antes de hacer la dilución final en la botella.
- Por cada dilución preparar 2 botellas, en una de ellas determinar el OD inicial y tapar la otra herméticamente con sello hidráulico e incubar por 5 días a 20 °C. Al finalizar el período de incubación determinar el OD final.

Si se usa el método del electrodo de membrana para la medición del OD:

- Preparar solamente una botella para RBO_5 , por cada dilución; determinar el OD inicial y reemplazar cualquier contenido desalojado con agua de dilución hasta llenar la botella, tapar herméticamente con sello hidráulico e incubar por 5 días a 20 °C. Después de este tiempo determinar el OD final con el electrodo.
- Utilizar un blanco de agua de dilución como control aproximativo de la calidad del agua de dilución no inoculada y de la limpieza de las botellas de incubación.

Conjuntamente con cada grupo de muestra, solamente incube una botella con agua de dilución no inoculada. Determine el OD inicial, incube a 20 °C por 5 días y al cabo de este tiempo, determine el OD final. El OD consumido durante los 5 días no debe ser mayor de 0.2 mg/L y preferiblemente no mayor de 0.1 mg/L.

10.4.8 Cálculos

Cuando el agua de dilución no es inoculada:

$$DBO_5 \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(D_1 - D_2)}{P} \quad (10.2)$$

Cuando el agua de dilución fue inoculada:

$$DBO_5 \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)f}{P} \quad (10.3)$$

D₁: OD inicial de la muestra diluida en mg/L

D₂: OD final de la muestra diluida en mg/L

B₁: OD inicial del control del inóculo mg/L

B₂: OD final del control del inóculo mg/L

P: Fracción decimal de muestra usada

$$f = \frac{\%de\ semilla\ en\ D1}{\%de\ semilla\ en\ B1} \quad (10.4)$$

No hacer correcciones por el consumo de oxígeno del agua de dilución durante la incubación, si el agua de dilución no cumple los criterios de calidad, los resultados deben desecharse.

$$OD = \frac{N_{Tiosulfato} * V_{Tiosulfato} * 8 * 1000}{98.7\ mL} \quad (10.5)$$

En caso de realizar la prueba para otro periodo de incubación hay que corregir este valor y transformarlo a DBO₅, 20. Si se tiene un valor determinado de DBO para un tiempo de incubación t y una temperatura T, hay que obtener la DBO última (L)

A partir de la DBO última (L) se puede obtener el valor de DBO_t, T (a cualquier tiempo y temperatura de incubación).

10.5 Resultados

- Comparar con los valores reportados en la normatividad vigente aplicable.
- Describir la relación existente entre los parámetros determinados anteriormente.
- Identificar las fuentes de aporte al cuerpo de agua analizado y analizar a que se debe el resultado obtenido.
- Anotar los resultados en forma de tabla como se muestra a continuación.

Tabla 10.1: Resultados.

Muestra	OD inicial (mg O ₂ /L)	OD día 5 (mg O ₂ /L)	DBO ₅ (mg O ₂ /L)	Límite máximo permisible	Norma oficial que aplica

10.6 Observaciones

Detallar cualquier observación inusual que haya percibido durante el desarrollo de la actividad experimental, así como cualquier comentario que considere importante para mejorar la presente práctica.

10.7 Cuestionario

1. Calcular la DBO₅, comparar con valores reportados y hacer análisis de resultados de muestras.
2. ¿Qué importancia tiene la determinación de DBO₅?
3. Si la muestra contiene una gran cantidad de N orgánico ¿qué puede esperar en los 5 días?
4. ¿Qué otros métodos existen para determinar DBO? Explíquelos.
5. ¿En qué se basa la selección del % de dilución del material de siembra?
6. ¿Por qué se hace un blanco?

7. ¿Por qué se debe hacer previamente un O.D. en la muestra?
8. ¿Por qué seleccionan cinco días de incubación y no otro periodo?

Bibliografía

Manual_dinama. MANUAL DE PROCEDIMIENTOS ANALITICOS PARA AGUAS Y EFLUENTES. Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente Dirección Nacional de Medio Ambiente Laboratorio Pag. 132

Manual de análisis de aguas: MANUAL DE ANÁLISIS DE AGUAS. Gloria Inés Giraldo Gómez. UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA. SEDE MANIZALES. FACULTAD DE CIENCIAS Y ADMINISTRACIÓN DEPARTAMENTO DE CIENCIAS **1995**.

NMX-AA-012-SCFI-2001. “Análisis de agua.- Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.-

Método de Prueba Manual de Prácticas “Química Ambiental”, UPIBI, IPN, **2007**.

Crites, R. Tchobanogloous, G. Tratamiento de aguas residuales en pequeñas poblaciones. Mc. Graw Hill. Colombia. **2004**.

Standard Methods for the Examination of Water of Wastewater. Seventeenth Edition. APHA. AWWA. WPCF. rev_Manual QA1: MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL I. Departamento de Bioingeniería. Tecnología Ambiental. Medina Villalobos Jessica A. Rodríguez Tapia Claudia. Moreno Guerrero Karen G. Calixto Ma. del Carmen. Enero **2014**. Pag. 48-53

Tratamiento de aguas_manual de prácticas-1: UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN. TRATAMIENTO DE AGUAS. MANUAL DE LABORATORIO. Departamento de Ciencias Químicas Sección de Química Inorgánica. Q.F.B. Claudia Pérez Garrido. Dra. Frida María León Rodríguez. I.Q. Graciela Ruth Delgadillo García. Mayo de 2013. Pag. 91-96

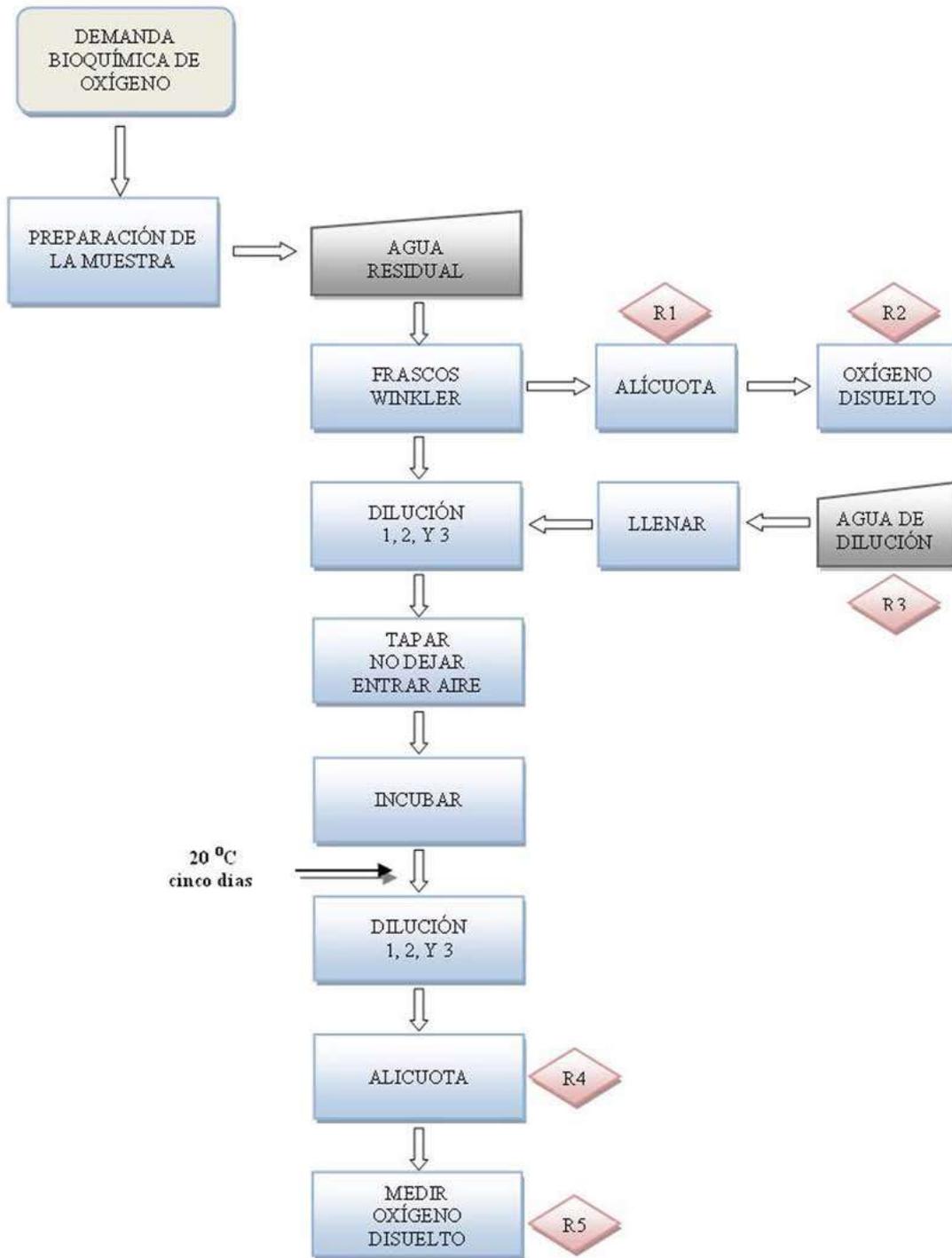


III Anexos

- iv. Anexo 1. Diagrama del procedimiento de demanda Bioquímica de Oxígeno**
- v. Anexo 2. Blanco de Reactivos**
- vi. Anexo 3. Relaciones Matemáticas**

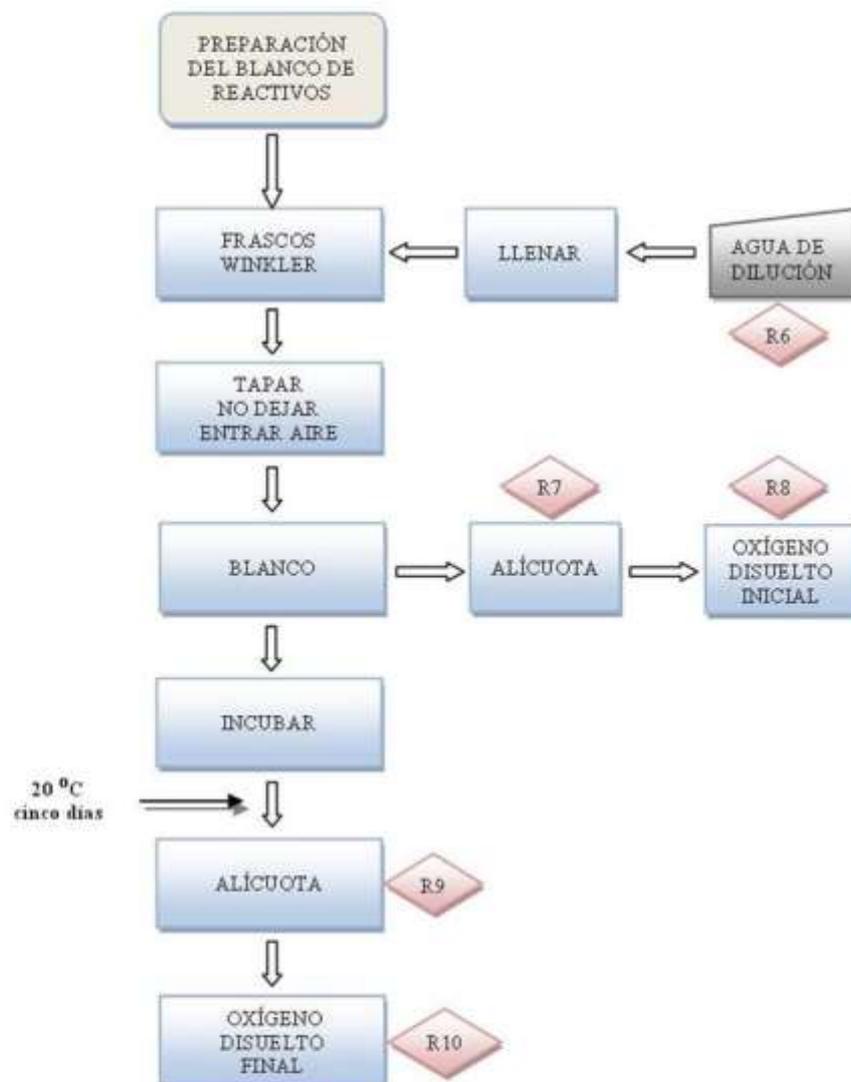
Anexo 1

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO



Anexo 2.

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (BLANCO DE REACTIVOS)



R1, R3, R4, R6, R7, y R9 = Desechar en la taja agregando bastante agua.

R2, R5, R8, y R10 = Guardar en frascos etiquetados para su confinamiento.

Anexo 3. APÉNDICE DE RELACIONES MATEMÁTICAS UTILIZADAS EN EL CÁLCULO DE LAS SOLUCIONES PREPARADAS EN LAS PRÁCTICAS Y EN LOS PROCEDIMIENTOS DE ANÁLISIS DE DATOS.

Práctica 2.

Variable a calcular	Relaciones	Datos necesarios
ST, Sólidos totales (mg/L)	$ST = (G1 - G) * 1000/V$	G1: Peso de la cápsula con residuo después de evaporación (mg). G: Peso de la cápsula vacía (mg) V: Volumen de la muestra (mL)
STD, Sólidos totales disueltos (mg/L)	$STD = (G4 - G3) * 1000/V$	G1: Peso de la cápsula con residuo después de evaporación (mg) de la muestra filtrada G3: Peso de la cápsula vacía (mg) V: Volumen de la muestra (mL)
SV, Sólidos volátiles, (mg/L)	$SV = (G1 - G2) * 1000/V$	G2: Peso de la cápsula vacía (mg) V: Volumen de la muestra (mL)
SST, Sólidos suspendidos totales, (mg/L)	$SST = (G6 - G5) * 1000/V$	G5: Peso del filtro seco (mg) G6: Peso del filtro y residuo secos (mg)

Práctica 3.

Variable a calcular	Relaciones	Datos necesarios
T, transmitancia (adimensional)	$T = P/P_o$ $T = 10^{-abc}$ $\%T = 100 * T$	P : Intensidad de la radiación electromagnética que pasa por la muestra Po : Intensidad de la radiación electromagnética que es originalmente irradiada a la muestra. a: Absorcividad ($\text{mM}^{-1}\text{cm}^{-1}$ o $\text{M}^{-1}\text{cm}^{-1}$) b: Espesor del portamuestra (cm) c: Concentración de la solución (M o mM)

Práctica 4.

Variable a calcular	Relaciones	Datos necesarios
4.1 FD: Factor de Dilución ()	$F.D. = \frac{\text{Volumen final}}{\text{Volumen Alícuota}}$	
4.3 Concentración de CaCO ₃ (mg/L)	$= \frac{(A * B) * 5000}{\text{mL de Alícuota}}$	A: Normalidad de EDTA (N) B: Volumen gastado de EDTA (mL)
4.4 T: mg de CaCO ₃ equivalentes a 1000 mL de EDTA	$T = P \times V_1 / G_1$	P: concentración de la solución estándar de CaCO ₃ (mg/L) V ₁ : Volumen de solución estándar de Ca en la titulación, regularmente 10 mL G _{EDTA} : Gasto de EDTA en la titulación.
4.5 Concentración de CaCO ₃ y Ca (mg/L)	$\text{CaCO}_3 \text{ mg/L} = T \times G_2 / V_2$ $\text{Ca, mg/L} = T \times G_2 / V_2 \times 2.5$	T: eq 4.4 G _{2EDTA} : Gasto de EDTA en la titulación. V ₂ : Volumen de muestra para la titulación (mL)
4.6 Dureza total (mg/L de CaCO ₃)	$\text{CaCO}_3 \text{ mg/L}$ $= \frac{\text{Vol}_{EDTA} \times M_{EDTA} \times 100 \times 1000}{\text{Vol}_{muestra}}$	El factor 100 se origina del peso molecular de CaCO ₃ El factor 1000 proviene de la conversión de mg/L
4.7 Alcalinidad a Fenoftaleína o Total	$\text{CaCO}_3 \text{ mg/L}$ $= \frac{V_{H_2SO_4} \times N_{H_2SO_4} \times 50 \times 1000}{\text{Vol}_{muestra}}$	V _{H₂SO₄} : Volumen gastado en la titulación (mL). Si se utilizó fenolftaleína o Naranja de Metilo, indicará si es alcalinidad a fenolftaleína o total, respectivamente. N _{H₂SO₄} : Normalidad del ácido usado en la titulación.

Práctica 7.

Variable a calcular	Relaciones	Datos necesarios
7.1 Volumen de solución que se debe medir para preparar la disolución (mL)	$= PM * M * \left(\frac{1L}{1000mL}\right) * V$ $* \left(\frac{1}{\rho}\right) * \left(\frac{100\%}{\%}\right)$	PM: Masa molar del compuesto (g/mol) M: Molaridad de la especie (mol/L) V: Volumen de disolución que se desea preparar (mL) ρ : densidad del líquido (g/mL) %: pureza del líquido
7.2 Masa del sólido que se debe medir para preparar la disolución (g)	$= PM * M * \left(\frac{1L}{1000mL}\right) * V$	PM: Masa molar del compuesto (g/mol) M: Molaridad de la especie (mol/L) V: Volumen de disolución que se desea preparar (mL)

Práctica 10.

Variable a calcular	Relaciones	Datos necesarios
10.2 DBO ₅ en agua no inoculada (mg/L)	$DBO_5 = \frac{(D_1 - D_2)}{P}$	D1: OD inicial de la muestra diluida (mg/L) D2: OD final de la muestra diluida (mg/L) P: Fracción decimal de muestra usada
10.3 DBO ₅ en agua de dilución inoculada (mg/L)	$DBO_5 = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)f}{P}$	D1: OD inicial de la muestra diluida (mg/L) D2: OD final de la muestra diluida (mg/L) P: Fracción decimal de muestra usada B1: OD inicial del control del inóculo (mg/L) B2: OD final del control del inóculo (mg/L) f: Eq. 10.4
10.4 F: relación de semillas en D1 y B1	$f = \frac{\%de\ semilla\ en\ D_1}{\%de\ semilla\ en\ B_1}$	

10.5 OD: Oxígeno disuelto	$OD = \frac{N * V * 8 * 1000}{98.7 \text{ mL}}$	N: Normalidad de la disolución de tiosulfato para hacer la titulación (Eq/L) V: Volumen del tiosulfato gastado en la titulación (mL)
---------------------------	---	---