

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN**

TRATAMIENTO DE AGUAS

MANUAL DE LABORATORIO

Q.F.B. Claudia Pérez Garrido
Dra. Frida María León Rodríguez
I.Q. Graciela Ruth Delgadillo García



Edición  **FESC**

TRATAMIENTO DE AGUAS

MANUAL DE LABORATORIO

Q.F.B. Claudia Pérez Garrido
Dra. Frida María León Rodríguez
I.Q. Graciela Ruth Delgadillo García

**Universidad Nacional Autónoma de México
Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán
Departamento de Ciencias Químicas
Sección de Química Inorgánica**

**Carrera: Licenciatura en Química Industrial
Asignatura: Tratamiento de aguas
Clave de la carrera: 10530, 10522
Clave de la asignatura: 1928, 1744**

Mayo de 2013

AGRADECIMIENTOS

A la Dirección General de Asuntos del Personal Académico por su apoyo en el PAPIIME: PE 203412, Mejoramiento de la Enseñanza Teórico-Práctica de Química Básica en las asignaturas de la Sección de Química Inorgánica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, “Elaboración de Guía de Estudio y Empleo de las TIC’S”

Dra. León Rodríguez Frida María
Responsable Académico

Integrantes

Dr. Aguirre Gómez Arturo
Q. Arroyo Fal Ofelia Esperanza
Q.I. Ávila Enríquez Griselda
Q. Ballesteros Hernández Lidia Elena
Q.F.B. Pérez Garrido Claudia
M.C. Vega Vázquez Ofelia
I.A. Venegas Herrera Natividad

MAYO 2013

“La energía del hombre y del cosmos se manifiesta en el cristal del agua.”

Masaru Emoto

PRÓLOGO

Existe la preocupación por el medio ambiente y la influencia del hombre sobre la alteración del mismo. Por ello es objetivo de la asignatura de Tratamiento de Aguas, que los alumnos que la cursan puedan entender correctamente las perturbaciones que la contaminación ocasiona en uno u otro medio desde un punto de vista fundamentalmente químico.^[Orozco, 2003:19]

Actualmente la educación superior busca elevar sus niveles de competitividad tanto a nivel nacional como internacional. Por ello uno de los caminos que están tomando los centros de educación superior es la implementación de Sistemas de Gestión de la Calidad ^[SGC-C-FESC,2008] en sus laboratorios de docencia, lo cual además de elevar la calidad de nuestros egresados les permite ser competitivos en un mercado globalizado. Uno de los procedimientos para lograr la certificación de la enseñanza experimental es la elaboración de manuales de laboratorio que deberán describir los experimentos a efectuarse bajo un mayor control didáctico y con enfoques ecológicos, contando para ello con diagramas ecológicos y manejo de las normas de seguridad aplicables.

El presente Manual de Laboratorio de Tratamiento de Aguas tiene el propósito de que el alumno adquiera el conocimiento de cómo abordar problemas de contaminación, mediante el estudio de métodos que le permitan detectar, cuantificar, analizar y dar un tipo de solución técnica para minimizar esos problemas. Los métodos experimentales que se presentan en este manual están elaborados de acuerdo a procedimientos estandarizados de laboratorio para análisis físico y químico de muestras de aguas municipales y residuales, así como de la metodología para obtener algunos parámetros básicos de diseño de operaciones unitarias en Sistemas de Tratamiento de Aguas Residuales. ^[APHA,1992:1816]

En la serie de 13 prácticas que conforman este manual se enfatiza la parte experimental, por lo que contiene una breve introducción de los principios y teoría, ampliando su información con conceptos previos que encontrarán en los libros que aparecen en la bibliografía recomendada. Así mismo, se describe brevemente el procedimiento experimental que se debe seguir. Se incluye la sección de registro y preguntas que mediante la aplicación de criterios de calidad se evalúan muestras de aguas residuales.

Los métodos experimentales que aquí se presentan se clasifican en parámetros de carácter físico, como propiedades organolépticas, color o conductividad, entre otras que permiten iniciar la caracterización de muestras de agua potable y residual. La primera práctica es la que cubre este objetivo.

Posteriormente, se pretende que el alumno estudie parámetros de carácter químico, mediante la determinación de materia inorgánica, tal es el caso de alcalinidad, dureza y parámetros específicos, como sílice y el contenido de hierro total. Son las prácticas (2-6) donde se aplican equilibrios ácido-base, complejos y argentometría para analizar la importancia del contenido de aniones, como cloruros en aguas potables.

Las prácticas en las que se analiza el contenido orgánico en las aguas residuales, cuyas determinaciones se basan en análisis de oxidación-reducción, son Oxígeno Disuelto, Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) y demanda Química de Oxígeno (DQO). Estos parámetros se estudian como indicadores de contaminación y como control en los procesos de tratamiento secundario.

Finalmente, se estudia un tratamiento primario, donde el alumno analiza las condiciones de trabajo, mediante prueba de Jarras, para elegir un coagulante y aplicar un proceso de coagulación-floculación-sedimentación para el tratamiento de aguas residuales.

En todos los casos, se le pide al alumno que elabore un informe de la actividad experimental desarrollada, así como una discusión de resultados, donde analizará los conocimientos teórico-prácticos adquiridos que le permitan dar sus conclusiones de calidad de las muestras analizadas.

ÍNDICE

11	TEMA I
	Programa de tratamiento de aguas
13	TEMA II
	Derivación de los objetivos del curso experimental (requisitos para el producto) a partir del programa de la asignatura
15	TEMA III
	Tratamiento de residuos en el laboratorio
16	CONSIDERACIONES IMPORTANTES
17	Parámetros de evaluación
18	Métodos de toma de muestras
	PRÁCTICAS
23	1. Caracterización física de un agua potable y residual
35	2. Dureza y alcalinidad
43	3. Sílice
49	4. Fosfatos
57	5. Hierro Total
65	6. Sólidos totales
71	7. Coagulación
79	8. Sedimentación
85	9. Oxígeno disuelto
91	10. Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)
99	11. Demanda Química de Oxígeno (DQO)
107	12. Aceites y grasas en agua
113	13. Cloruros y cloro residual
123	BIBLIOGRAFÍA
	ANEXO
127	Reglamento interno para los laboratorios de la sección de Química Inorgánica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DIVISIÓN DE CIENCIAS QUÍMICO BIOLÓGICAS
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS

LICENCIATURA EN QUÍMICA INDUSTRIAL

PROGRAMA DE:

TRATAMIENTO DE AGUAS

ÓRGANO INTERNO QUE COORDINA EL PROGRAMA DE LA ASIGNATURA:

SECCIÓN DE QUÍMICA INORGÁNICA

CLAVE DE LA CARRERA:	10530	10522
CLAVE DE LA MATERIA:	1928	1744

CARÁCTER DE LA ASIGNATURA	NÚMERO DE HORAS			NÚMERO DE HORAS		
	T	L	O	T	L	O
*OBLIGATORIA	3	2		3	3	

UBICACIÓN SEMESTRE: 9o.	No. DE CRÉDITOS: 8	No. DE CREDITOS: 9
--------------------------------	---------------------------	---------------------------

T = TEORÍA

L = LABORATORIO

O = DISCUSIÓN, SEMINARIO, PROBLEMAS, TALLER, ETC.

**DERIVACIÓN DE LOS OBJETIVOS DEL CURSO EXPERIMENTAL
(REQUISITOS PARA EL PRODUCTO)
A PARTIR DEL PROGRAMA DE LA ASIGNATURA**

DEPARTAMENTO: Ciencias Químicas	SECCIÓN ACADÉMICA: Química Inorgánica
ASIGNATURA: Tratamiento de Aguas	CARRERA: Química, Química Industrial e Ingeniería Química

OBJETIVOS GENERALES DE LA ASIGNATURA	OBJETIVOS DEL CURSO EXPERIMENTAL
<p>Estudiar la composición fisicoquímica de distintos tipos de agua.</p> <p>Estudiar la aplicación del proceso de Intercambio Iónico en el ablandamiento de aguas y compararlo con el método de cal-carbonato.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Determinación de parámetros físicos de muestras de agua potable y residual, como: color, olor, conductividad y turbidez. 2. Determinar Alcalinidad y Dureza en muestras de agua potable y residual, de importancia para un proceso de ablandamiento, mediante equilibrios: ácido-base y complejometría. 3. Determinación química de contenido de iones: Cl^-, PO_4^{3-} y SiO_2 en aguas potables y residuales, por método: argentométrico y molibdosilicato.
<p>Discusión breve sobre las causas de la estabilización coloidal, métodos para llevar a cabo la desestabilización de los coloides en aguas residuales y aguas naturales.</p>	<p>Estudiar diferentes coagulantes, mediante Prueba de Jarras, para elegir un coagulante eficaz, en función de pH y concentración.</p>

<p>Separación gravitacional por sedimentación de partículas discretas y partículas floculentas.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Mediante análisis gravimétrico determinar el contenido del material sólido suspendido y disuelto, que constituye el valor absoluto de los Sólidos Totales (ST) en aguas residuales. 2. Mediante una prueba volumétrica determinar Sólidos Sedimentables en aguas residuales. 3. A partir de un análisis de sedimentación, obtener la remoción de partículas con sedimentación floculenta, de importancia para el diseño de sedimentadores primarios.
<p>Estudiar el funcionamiento y diseño de equipo de filtrado para el tratamiento de aguas.</p>	<p>Aplicación del proceso de filtración para un efluente de una sedimentación secundaria, proponiendo el método y materiales más adecuados.</p>
<p>Estudiar la conversión de sustancias químicas nocivas en sustancias que no sean peligrosas.</p> <p>Estudiar la coagulación y sedimentación de sólidos coloidales no sedimentables y la estabilización de la materia orgánica en el tratamiento aerobio.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Comprender la importancia de la determinación de Oxígeno Disuelto por el método de Winkler, como indicador de contaminación por materiales orgánicos en los procesos de tratamiento aerobio. 2. Comprender la importancia de la determinación de DBO₅, en aguas residuales, mediante la medición de la tasa de captación de oxígeno disuelto, en un proceso de oxidación bioquímica de la materia orgánica. 3. Conocer el contenido de sustancias susceptibles a ser oxidados químicamente (materia orgánica e inorgánica) en aguas residuales, por medio de la determinación de la Demanda Química de Oxígeno (DQO), método de Reflujo Cerrado.
<p>Estudiar la desinfección de aguas municipales y residuales.</p>	<p>Determinación de cloro en forma activa (cloro molecular ácido hipocloroso e hipoclorito) o Cloro residual como principal agente desinfectante en agua potable.</p>

TRATAMIENTO DE RESIDUOS EN EL LABORATORIO

La peligrosidad de los materiales y de los residuos depende fundamentalmente de sus propiedades intrínsecas, ya sean físicas, químicas o biológicas, las que pueden verse incrementadas, por el manejo inadecuado en las etapas de almacenamiento, proceso de uso, transporte y disposición final. Es muy difícil establecer un sistema o método de tratamiento general para todos los residuos específicos de un laboratorio, ya que depende de volumen generado, del tipo de laboratorio y, sobre todo por la variedad de residuos que se generan; por otra parte, los residuos casi nunca están constituidos por un solo producto, por lo general son mezclas complejas. [Cruz, 1997:7-109]

Actualmente en el Laboratorio de Tratamiento de Aguas se está implementando un programa de tratamiento de residuos químicos, el cual tiene como objetivos principales:

- Implementar una metodología de trabajo “segura,” para minimizar los riesgos que el manejo de los materiales peligrosos tienen sobre la salud, las áreas de trabajo y el ambiente.
- Que el profesor y el estudiante sean conscientes que ellos son los responsables de los productos que manejan, así como de los residuos que generen y de su destino final. Por lo que son los encargados de darles un tratamiento adecuado.
- Que los futuros egresados de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán comprendan que cualquier método de análisis o de tratamiento para algún tipo de agua, va originar a su vez un nuevo fenómeno con incidencia medioambiental.

CONSIDERACIONES IMPORTANTES

Es objetivo principal del Laboratorio de Tratamiento de Aguas que el estudiante adquiriera habilidades en el manejo de técnicas de análisis de aguas, de metodologías para obtener algunos parámetros básicos para el diseño de procesos unitarios de tratamiento de aguas residuales y que compruebe de esta manera la importancia de los principios estudiados en las clases teóricas.

Se enfatiza la importancia del compromiso de llevar un orden y pulcritud en las actividades del laboratorio, condiciones esenciales para lograr una labor eficaz y un ambiente seguro.

Trabajar en el laboratorio, donde se manipulan reactivos químicos, materiales de vidrio, equipos eléctricos y electrónicos, implica estar preparado para contrarrestar los problemas que se pudieran presentar. Por ello, es prioritario minimizar esos problemas mediante el uso de la indumentaria apropiada y dispositivos de protección personal.

Es esencial que el alumno estudie cuidadosamente todos los aspectos, teóricos y experimentales, de cada práctica propuesta en este manual antes de que una práctica se realice, y preferentemente antes de entrar en el laboratorio. Normalmente se estarán realizando los experimentos en equipo y siempre bajo la vigilancia del profesor que está para apoyar al estudiante en el entendimiento de la práctica.

Para el trabajo en el laboratorio se requiere que se tenga una bitácora de trabajo en la cual se ha de documentar la información previa necesaria para realizar la práctica, así como todas las observaciones de la actividad experimental.

Para el cumplimiento de todas las actividades del laboratorio, los alumnos se apoyarán de un *Calendario de Actividades* que se les entrega en la sesión de presentación del curso.

PARÁMETROS DE EVALUACIÓN

Para la evaluación se toman en cuenta aspectos como:

- Bitácora que incluye información previa de la práctica, con apoyo y manejo de la bibliografía
- Trabajo experimental
- Informe o Reporte
- Examen

1) El contenido y la forma de evaluar los reportes son los siguientes:

- **Portada:** Con nombres de los integrantes del equipo, grupo, nombre de la práctica, fecha, y nombre del profesor.
- **Objetivos:** Indicados en el manual.
- **Procedimiento experimental:** Indicado por el Diagrama Ecológico, señalando las modificaciones que se hayan hecho durante el curso de la práctica.
- **Resultados:** Debe contener observaciones registradas en la bitácora, cálculos, tratamiento previo de muestras, diluciones, tablas, gráficas y resultados con las unidades correspondientes.
- **Análisis de Resultados:** Discusión de resultados, origen de la muestra, comparar con valores bibliográficos y resolución del cuestionario.
- **Conclusiones:** Relacionadas directamente con los objetivos de la práctica.
- **Referencias:** Las revisiones bibliohemerográficas deben incluirse.

2) Se pretende preparar al estudiante mediante el conocimiento teórico y el trabajo experimental, para que realice un proyecto que le permita aplicar su criterio para proponer un esquema de tratamiento en un problema específico bajo la guía del profesor.

MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRA

OBJETIVO GENERAL

Al final de curso los alumnos relacionarán las bases teórico-prácticas para la aplicación en el trabajo de muestreo de diferentes tipos de aguas

MUESTREO

Según un viejo axioma, *“el resultado de cualquier determinación analítica no puede ser mejor que la muestra sobre la que se hace”*.

El objetivo de la toma de muestras es la obtención de una porción de material cuyo volumen sea lo suficientemente pequeño como para que pueda ser transportado con facilidad y manipulado en el laboratorio, sin que por ello deje de representar con exactitud al material de donde procede. Esto implica que la proporción o concentración relativa de todos los componentes serán las mismas en las muestras que en el material de donde proceden, y que dichas muestras serán manejadas de tal forma que no se produzcan alteraciones significativas en su composición antes de que se hagan las pruebas correspondientes.

Al trabajar con aguas limpias y residuales, el laboratorio suele dirigir u orientar el programa de la toma de muestras que se determina tras consultar al destinatario de los resultados del análisis. Esta consulta es esencial para asegurar que la elección de las muestras y los métodos analíticos proporcionen una auténtica base para resolver los problemas que plantea la toma de muestras.

PRECAUCIONES GENERALES

Antes de llenar el envase con la muestra hay que lavarlo dos o tres veces con el agua que se va a recoger, a menos que el envase contenga un conservante o un decolorante. Según los análisis que se deben realizarse, hay que llenar el envase por completo (en la mayoría de los análisis orgánicos).

En el caso de muestras que hayan de ser transportadas, lo mejor es dejar un espacio de alrededor del 1 por 100 de la capacidad del envase para permitir la expansión térmica. A veces proporciona mayor información analizar numerosas muestras en lugar de una sola, ya que de este modo no se pierden los valores, máximos y mínimos.

Entre los principales factores que influyen sobre los resultados se encuentra la presencia de materia suspendida o de turbidez. En general, se separa toda cantidad significativa de material suspendido, mediante decantación, centrifugación o filtración adecuada. Si la turbidez es notable, hay que decidir si se filtra o no la muestra. Para medir la cantidad total de un componente no hay que eliminar los sólidos suspendidos, sino tratarlos de forma adecuada.

Hay que hacer un registro de todas las muestras recogidas e identificar cada envase pegando una etiqueta debidamente señalada. En esta información debe constar el nombre de la persona que ha hecho la toma, fecha, hora, y localización exacta; la temperatura del agua y cualquier otro dato que pueda resultar necesario para establecer una correlación con su análisis.

Antes de recoger muestras de un sistema de abastecimiento, hay que dejar que el agua corra por las tuberías con el objeto de asegurar que la muestra es representativa del suministro, teniendo en cuenta el diámetro y longitud de la conducción y velocidad del flujo.

Los lagos y pantanos presentan considerables variaciones debidas a causas normales, como la estratificación estacional, la cantidad de lluvia, el desagüe y el viento. La elección del lugar, la profundidad y la frecuencia de las tomas de muestra se hará dependiendo de las condiciones locales y del objetivo del estudio. En cualquier caso se evitará la espuma superficial.

Hay que evitar las áreas de turbulencia excesiva, a causa de la posible pérdida de componentes volátiles y presencia de vapores tóxicos. No hay que recoger muestras en vertederos, ya que su localización tiende a favorecer la obtención de compuestos no miscibles más ligeros que el agua. En general la toma se hará bajo la superficie en áreas tranquilas.

Utilice sólo muestras representativas o recogidas según el programa de muestras para hacer los análisis.

La gran variedad de condiciones bajo las cuales ha de hacerse la toma, hace que resulte imposible recomendar un procedimiento único. En general, hay que tener en cuenta las pruebas o análisis que se van a realizar y el fin para el que se requiere los resultados.

CONSIDERACIONES SOBRE SEGURIDAD

Los componentes de la muestra pueden ser tóxicos; durante la toma y manipulación de la misma se deben adoptar las precauciones adecuadas. Las sustancias tóxicas pueden penetrar a través de la piel y, en el caso de los vapores, a través de los pulmones. Las precauciones pueden limitarse a llevar unos guantes o batas, delantales u otros sistemas de protección. Siempre hay que llevar una protección ocular y uno de boca.

En el laboratorio, los envases se han de abrir en una campana para gases.

TIPOS DE MUESTRAS

A) MUESTRAS DE SONDEO

Estrictamente hablando, una muestra recogida, en un lugar y un momento determinado, solo puede representar la composición de la fuente en ese momento y lugar.

B) MUESTRAS COMPUESTAS

En la mayoría de los casos, la expresión “muestras compuestas” se refiere a una mezcla de muestras sencillas recogidas en el mismo punto en distintos momentos. A veces se utiliza la expresión “compuesto-tiempo” para distinguir este tipo de muestras de otros. Las muestras “compuestas-tiempo” son las más útiles para determinar las concentraciones medidas que se han de utilizar.

C) MUESTRAS INTEGRALES

En algunos casos, la información necesaria se obtiene mejor analizando mezclas de muestras individuales, recogidas en distintos puntos al mismo tiempo o con la menor separación temporal que sea posible. A veces, las muestras de este tipo se denominan integrales.

ETIQUETADO DE LAS MUESTRAS

Utilídense etiquetas para evitar falsas identificaciones de la muestra. Éstas deben contener al menos la siguiente información: número de la muestra, nombre del que ha hecho la toma, fecha y momento y el lugar de la misma.

TOMA DE MUESTRAS

Toma manual: En la toma manual se supone que no se utiliza equipo alguno, lo mejor es hacer la toma con un envase de vidrio limpio y de preferencia esterilizado, de acuerdo al procedimiento que garantice la seguridad.

Cuando se realice un análisis bacteriológico a la muestra, el recipiente debe estar esterilizado.

NÚMERO DE MUESTRAS

Teniendo en cuenta las variaciones aleatorias, tanto en los procedimientos analíticos como en la presencia de componentes en el lugar de la toma, una sola muestra puede resultar insuficiente para alcanzar el nivel de certidumbre deseado.

CONSERVACIÓN DE MUESTRAS

Independientemente del tipo de muestra de que se trate, nunca puede conseguirse la estabilidad completa de todos los componentes. En el mejor de los casos, las técnicas de conservación sólo retrasarían los cambios químicos y biológicos que inevitablemente se producen después de la toma.

Para reducir al máximo posible la volatilización o biodegradación, entre el momento de la toma y el análisis, se debe mantener la muestra a la menor temperatura posible, sin que llegue a congelarse. Lo mejor es empaquetar la muestra, antes de enviarla, en un recipiente con hielo o sustitutos comerciales de hielo. Mientras se hace la mezcla, las muestras deben mantenerse con hielo o en un sistema de refrigeración a 4 °C. Las muestras se analizarán lo antes posible, una vez llegadas al laboratorio. Si no es posible hacerlo de manera inmediata, en la mayoría de los casos se recomienda conservarlas a 4 °C. Sólo deberán utilizarse conservadores químicos cuando se haya demostrado que no van a estropear el análisis.^[APHA,1992:33-46]

CARACTERIZACIÓN FÍSICA DE UN AGUA POTABLE Y RESIDUAL

OBJETIVOS

- Determinación de parámetros físicos en muestras de agua potable y residual, como: color, olor, pH, conductividad eléctrica, y turbidez.
- Analizar la importancia de características físicas en aguas y evaluar mediante criterios de calidad.

INTRODUCCIÓN

Cuando se analiza un agua contaminada con el objetivo de ser tratada, es necesario revisar previamente los parámetros que determinen su calidad. Estos parámetros se clasifican, en cuatro grupos: físicos, químicos, biológicos, y radiológicos.

Uno de los parámetros físicos más importantes es la presencia de sólidos que alteran la apreciación visual que tenemos del agua. Los parámetros que evalúan esta presencia son: turbidez, sólidos en suspensión y color. El término color se define como la capacidad de absorber ciertas radiaciones del espectro visible. La presencia de color en las aguas residuales es debida principalmente a la existencia de materia orgánica proveniente de los suelos vegetales, como es el caso de los ácidos húmicos que proporcionan un color amarillento; el hierro que aporta colores rojizos y el manganeso que le proporciona tonalidades negras.

Existen diversos métodos para llevar a cabo las medidas del color, las cuales se hacen normalmente en el laboratorio. Uno de esos métodos, es la de comparación, con un estándar arbitrario a base de cloruro de cobalto (Cl_2Co) y cloroplatinato de potasio (Cl_6PtK_2) y se expresa en una escala de unidades de Pt-Co (unidades Hazen) o simplemente Pt. Para éste método se emplea lo que se conoce como “disco de Hellige.” Otro método que se utiliza con gran frecuencia es el método espectrofotométrico.

Cuando hacemos un análisis de las aguas residuales, es necesario determinar dos tipos de color: el aparente y el verdadero. Se conoce como color aparente, a aquel que es proporcionado tanto como por la materia disuelta como por las sustancias en suspensión. Por otro lado, el color verdadero o real, es aquel que se presenta después de que la muestra fue sometida a procesos de filtración o centrifugación para eliminar la turbidez, es decir, las sustancias suspendidas; y es

un requisito primordial para poder llevar a cabo el método espectrofotométrico.

Sin embargo, independientemente del color, existen otra serie de pruebas que nos permiten conocer las características del agua. El sabor y olor del agua son determinaciones organolépticas de determinación subjetiva, para las cuales no existen instrumentos de medición y registro; no obstante, el sabor salado puede ser adquirido por cloruros, el amargo por sulfatos y el picante por el dióxido de carbono.

Por otra parte, el pH es una medida de la concentración de iones hidrógeno y es una medida de la naturaleza ácida o alcalina de la solución acuosa que puede afectar los usos específicos del agua. La mayoría de las aguas naturales tienen un pH que varía entre 6 y 8, mientras que en las aguas residuales es variable y puede corregirse por neutralización. Esta medición se lleva a cabo empleando un potenciómetro calibrado.

Del mismo modo, la conductividad eléctrica es otro parámetro fundamental para el análisis de las aguas residuales, ya que es la medida de la capacidad del agua para conducir la electricidad. Es indicativa de la materia ionizable total presente en el agua. La conductividad del agua pura es mínima, mientras que las residuales presentan valores diversos. La unidad estándar de resistencia eléctrica es el ohm y la resistividad se expresa en megaohms-centímetro. La conductividad se expresa en el valor recíproco, normalmente como microsiemens por centímetro. Para el agua ultrapura los valores respectivos son de 18.24 Mohms/cm y 0.05483 $\mu\text{s/cm}$ a 25 °C.

CONCEPTOS A REVISAR

- Características físicas y químicas para aguas naturales, potables y residuales.
- Fundamento de la espectrofotometría.
- Principio básico de la determinación potenciométrica.
- Cromaticidad de un color.

MATERIAL Y EQUIPO

Tubos de Nessler de 50 ml. de forma alta.

Centrífuga Dynac.

Espectrofotómetro.

Turbidímetro Hellige Inc E.

Conductímetro HANNA Ins.

Disco de Hellige

Colorímetro Hellige Inc.E

Potenciómetro HANNA Ins.

2 vasos de precipitado de 250 ml.

1 Tubo para centrífuga.
1 Electrodo.
2 Celdas.
Agua destilada

MUESTRAS

Agua potable.
Agua residual.

PROCEDIMIENTO

1) Determinación de propiedades organolépticas

- Observar detenidamente el color de la muestra y todas sus características.
- Percibir el olor de la muestra de agua y anotar todas sus características.
- Solo en caso necesario, percibir el sabor de la muestra.

2) Determinación de pH

- Llevar a cabo la medición de pH empleando un potenciómetro para obtener una medición más exacta. Calibrar el aparato previamente con una solución buffer de pH conocido.

3) Determinación de la Conductividad eléctrica

- Tomar una pequeña muestra de agua y verterla en un vaso de precipitados.
- Llevar a cabo la medición de la conductividad eléctrica de la muestra, empleando un electrodo y anotar los resultados correspondientes. Calibrar previamente el conductímetro.

4) Determinación de Turbidez

- Llevar a cabo la medición de turbidez de una muestra de agua residual, con un turbidímetro el que deberá calibrarse previamente.

5) Determinación del color aparente

- Llenar los tubos de Nessler, uno con agua destilada y el otro con de la muestra de agua residual.
- Colocar los tubos dentro del aparato de Hellige y mirar verticalmente hacia abajo, de manera que la luz se refleje hacia arriba a través de las columnas del líquido. El color se determina visualmente al hacer coincidir la columna de muestra con el estándar de vidrio coloreado.
- Si el color de la muestra excede el estándar de vidrio, diluir la muestra en agua destilada a proporciones conocidas hasta que el color se sitúe dentro de los márgenes del estándar.

- Cálculo de unidades de color (unidades Hazen o simplemente Pt):

$$\text{Unidad de Color} = \frac{A \times 50}{B}$$

Dónde:

A = color estimado de una muestra diluida

B = ml de muestra tomados para la dilución

Reportar los resultados de color en cifras completas, de acuerdo a la tabla siguiente:

Unidades de color	Registro más cercano
1 - 50	1
51 - 100	5
101 - 250	10
251 - 500	20

6) Determinación del color verdadero (Método espectrofotométrico)

- Centrifugar durante 10 minutos a 40 rpm. la muestra de agua, para eliminar sólidos en suspensión.
- Separar el sobrenadante de la muestra y verterlo en las celdas limpias del espectrofotómetro. Limpiar cuidadosamente las celdas, antes de las lecturas.
- Determinar los valores de transmitancia de la muestra, variando la longitud de onda desde 400 nm. a 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).

X (λ)	% TRASMITANCIA	Y(λ)		Z (λ)	
435.5		489.5		422.2	
461.2		515.2		432.0	
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		462.0	
610.9		584.8		468.7	
624.2		600.8		477.7	
645.9		627.3		495.2	

$$(\Sigma X) (fX) = \check{X}$$

$$(\Sigma Y) (fY) = \check{Y}$$

$$(\Sigma Z) (fZ) = \check{Z}$$

Dónde:

$$fX = 0.09806$$

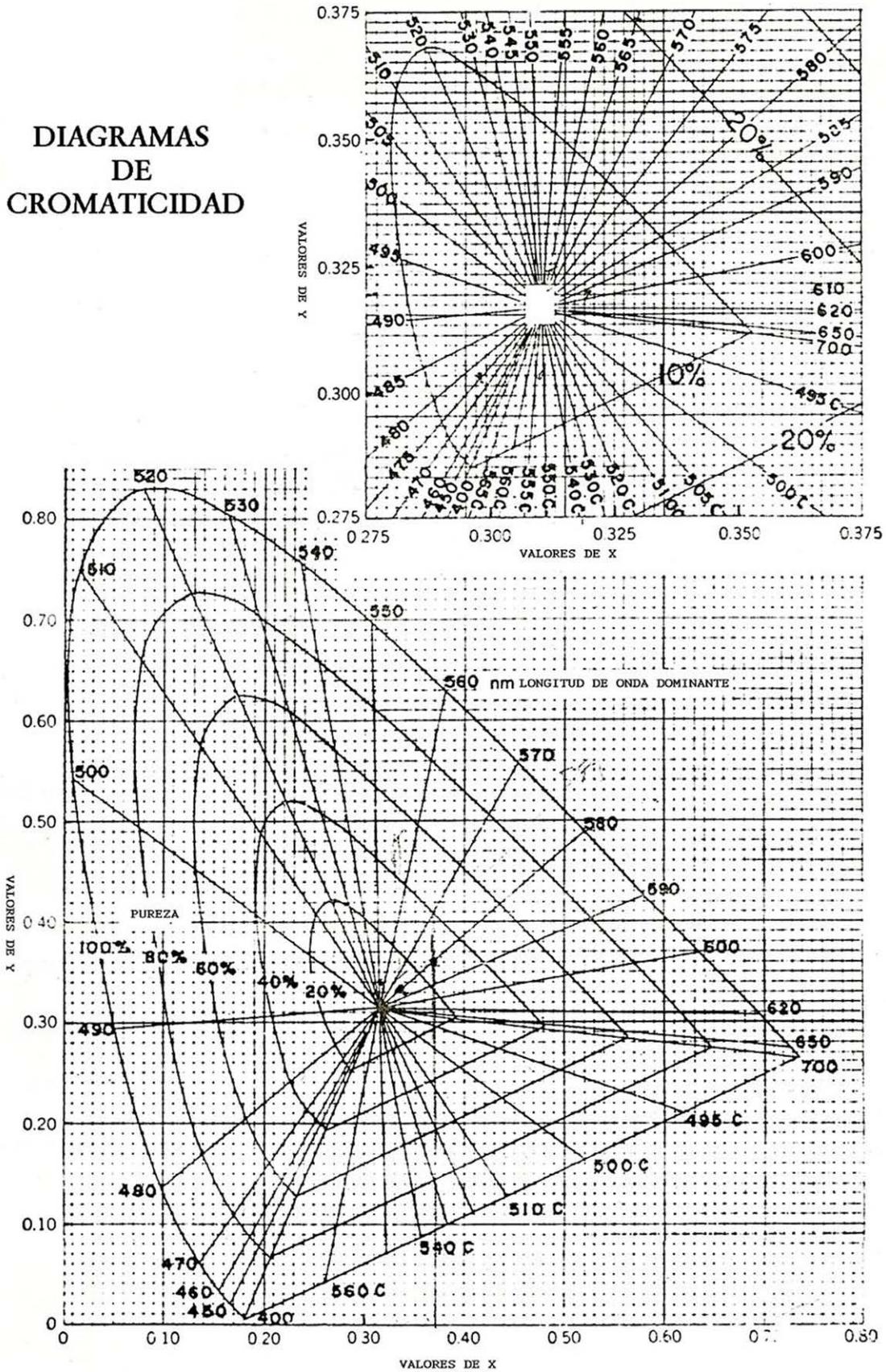
$$fY = 0.10000$$

$$fZ = 0.11814$$

$$\underline{x} = \frac{\check{X}}{\check{X} + \check{Y} + \check{Z}} \quad y = \frac{\check{Y}}{\check{X} + \check{Y} + \check{Z}} \quad z = \frac{\check{Z}}{\check{X} + \check{Y} + \check{Z}}$$

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. (*)

DIAGRAMAS DE CROMATICIDAD



Determinese la tonalidad a partir del valor de longitud de onda dominante, de acuerdo con las márgenes de la tabla siguiente:

Margen de longitud de onda (nm.)	Matiz
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

Referencia: Métodos Normalizados de Análisis de Aguas Residuales.

RESULTADOS

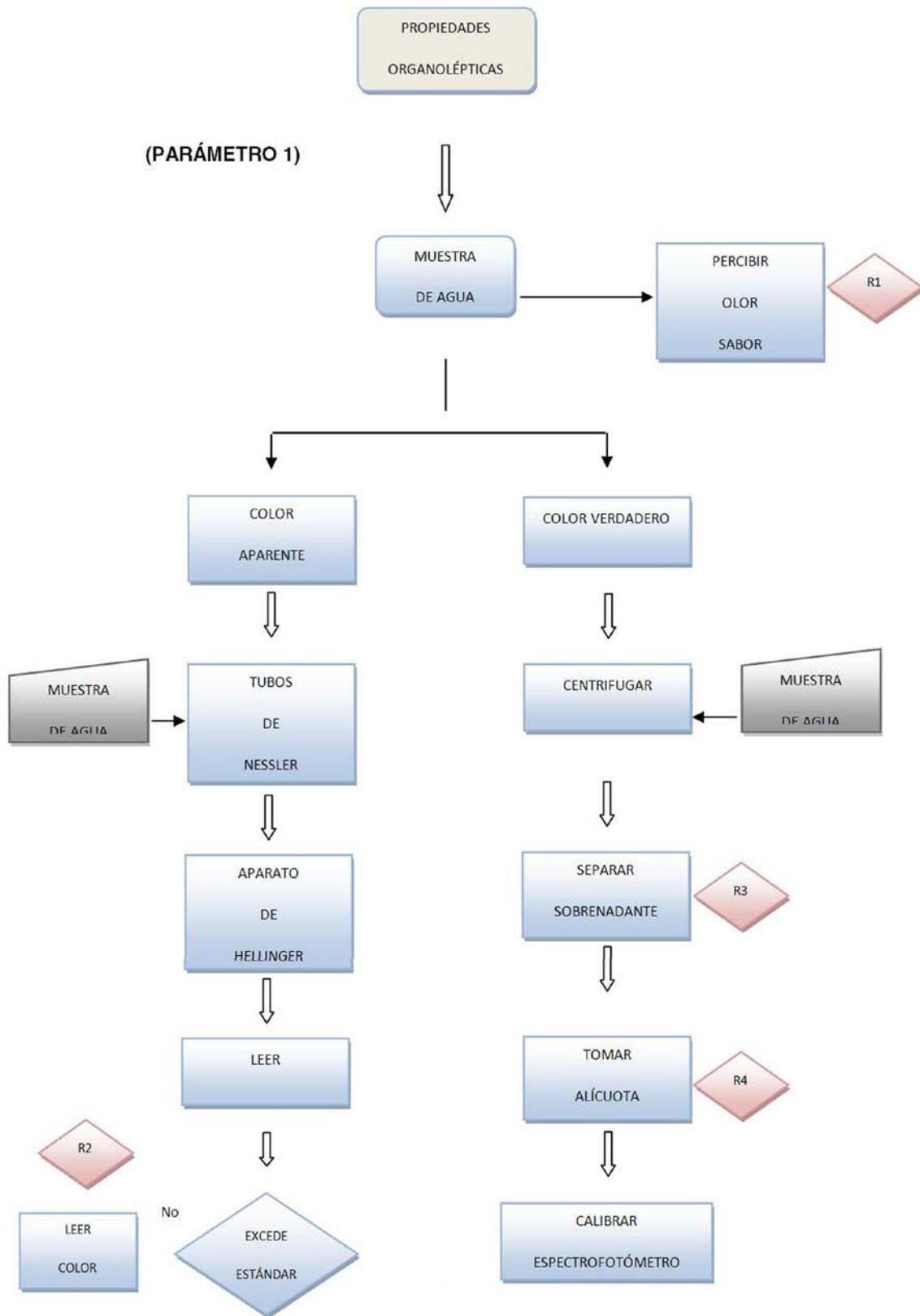
Anotar sus resultados en forma de tabla como se muestra a continuación:

PARÁMETROS FÍSICOS						
EQUIPO	pH	Color Aparente (UC)	Color verdadero	Turbidez (NTU)	Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	NORMA OFICIAL QUE APLICA

REPORTE DE LA PRÁCTICA

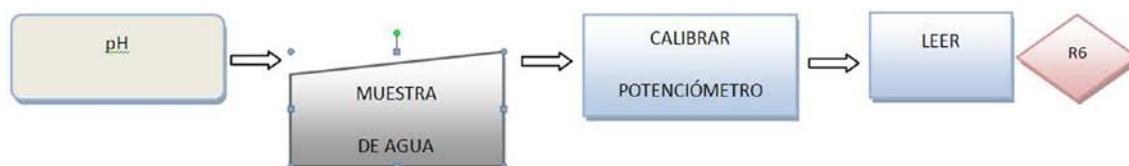
1. Reportar en una tabla los valores de parámetros físicos (color aparente y verdadero, pH, conductividad y turbidez) determinados en el laboratorio y evaluar calidad.
2. ¿Qué es el color aparente y el color verdadero?
3. ¿Qué relación tiene el pH con el color y turbidez de un agua?
4. ¿Qué es la longitud de onda dominante, luminancia y pureza de color?
5. Además del aparato de Hellige y espectrofotometría, ¿qué otros métodos se utilizan para medir color en aguas potables y residuales?
6. ¿Qué relación tiene la cromaticidad con el color real de un agua?
7. ¿Importancia de las características físicas en aguas residuales?

CARACTERIZACIÓN FÍSICA DE UNA MUESTRA DE AGUA

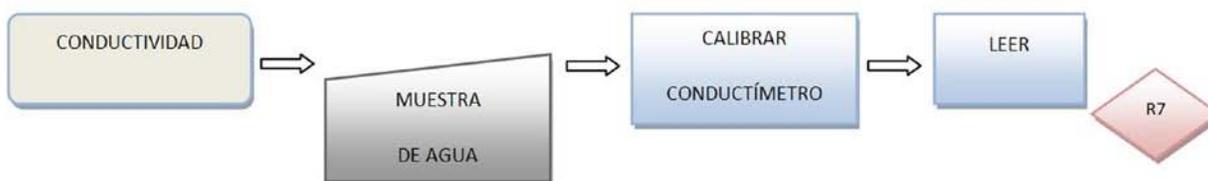




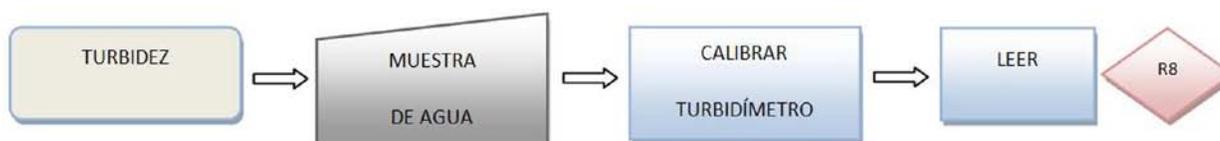
(PARÁMETRO 2)



(PARÁMETRO 3)



(PARÁMETRO 4)



R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7 y R8 = Las muestras que cumplan con la norma de descarga al alcantarillado pueden ser descargadas en el mismo.

PRÁCTICA 2

DUREZA Y ALCALINIDAD

OBJETIVOS

- 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).

INTRODUCCIÓN

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.

La dureza, debido a la presencia de sales disueltas de calcio y magnesio mide la capacidad de un agua para producir incrustaciones. Afecta tanto a las aguas domésticas como a las industriales, siendo la principal fuente de depósitos e incrustaciones en calderas, intercambiadores de calor, tuberías, etc. En términos de dureza, las aguas pueden clasificarse así:

- 0-75 mg/L Blanda
- 75-150 mg/L Moderadamente dura
- 150-300 mg/L Dura

- >300 mg/L Muy dura

La mayoría de los suministros de agua potable tienen un promedio de 250 mg/l de dureza, niveles superiores a 500 mg/l son indeseables para uso doméstico. La alcalinidad y dureza se corrigen por ablandamiento con cal-sosa, tratamiento con ácido o desmineralización por intercambio iónico.

Existen distintas 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 $\text{SO}_4^{=}$, NO_3 , OH^- .

CONCEPTOS A REVISAR:

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

MATERIAL Y EQUIPO

1 Probeta de 50 ml
 2 Pipeta graduada de 5 ml.
 1 Bureta graduada de 50 ml.
 1 Soporte universal con pinza y nuez.
 4 Matraces Erlenmeyer de 125 ml.
 2 Vasos de precipitados de 50 ml.
 1 Piseta.
 1 Espátula
 1 Propipeta
 Tiras reactivas para determinar pH.

SOLUCIONES Y REACTIVOS

Fenolftaleína.
 Anaranjado de metilo.
 Negro de eriocromo T.
 Murexida.
 Ácido sulfúrico H_2SO_4 0.02 N.

EDTA 0.01 M.

Solución para determinación de Ca^{+2} , NaOH 0.1 N

Solución amortiguadora de $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$ pH=10

NOTA. Consultar las hojas de seguridad para reactivos, en el laboratorio.

PROCEDIMIENTO

1. Alcalinidad

- 1.1. Poner muestras de 50 ml. de agua potable y 50 ml. del agua residual, por separado, en matraces Erlenmeyer de 125 ml.
- 1.2. Agregar unas gotas de fenolftaleína, si hay color rosa pálido.
- 1.3. Titular con H_2SO_4 0.02 N hasta que desaparezca el color. Registrar los mililitros gastados (alcalinidad a la fenolftaleína).
- 1.4. Agregar unas gotas de anaranjado de metilo.
- 1.5. Titular la solución con H_2SO_4 0.02 N hasta cambio de color (amarillo a naranja), alcalinidad total.
- 1.6. Registrar los volúmenes para ambos puntos finales.

2. Dureza Total

- 2.1. Poner muestras de 50 ml. de agua potable y 50 ml. de agua residual, por separado, en matraces Erlenmeyer de 125 ml.
- 2.2. Agregar 1 ml. de solución amortiguadora para dureza total $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$, pH 10.
- 2.3. Agregar una pizca de indicador, negro de eriocromo T y titular con una solución de EDTA 0.01 M hasta cambio de color (violeta - azul).

3. Dureza de Calcio

- 3.1. Poner muestras de 50 ml. de agua potable y 50 ml. de agua residual, por separado, en matraces Erlenmeyer de 125 ml.
- 3.2. Agregar 2 ml. de solución NaOH 0.1 N para dureza de calcio.
- 3.3. Agregar unos miligramos de indicador murexida.
- 3.4. Titular con una solución EDTA 0.01 M hasta cambio de color (rosa tenue - violeta).

CÁLCULOS

a) Alcalinidad Total:

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

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

b) Dureza total:

$$CaCO_3 \text{ mg/L} = \frac{Vol_{EDTA} \times M_{EDTA} \times 100 \times 1000}{Vol. (muestra)}$$

RESULTADOS

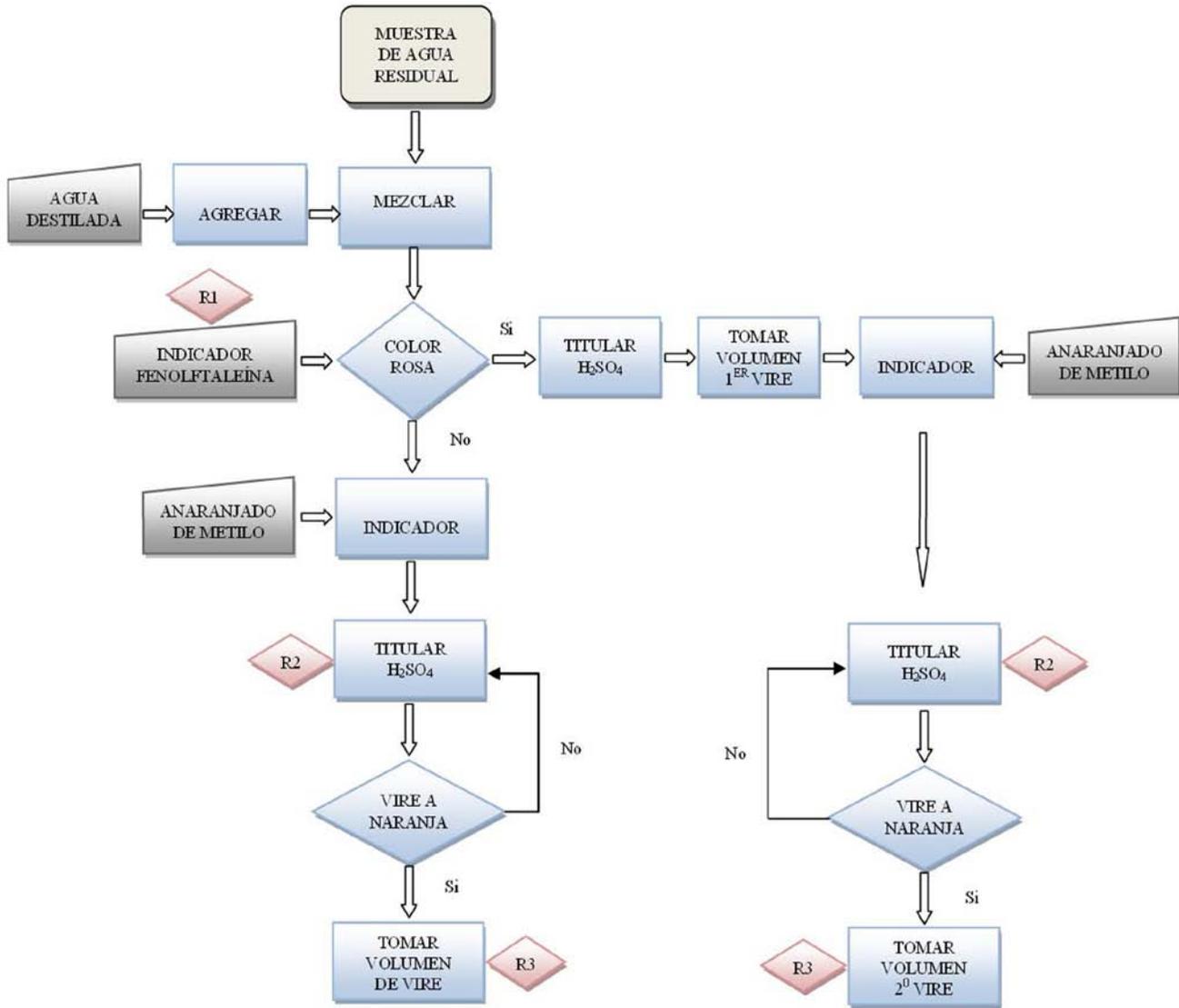
Anotar en la tabla los resultados obtenidos

MUESTRA	PARAMETROS QUIMICOS mg/L CaCO ₃				NORMA DE REFERENCIA
	Alcalinidad Total	Dureza Total	Dureza de Calcio	Dureza de Magnesio	
MUESTRA 1					
MUESTRA 2					

REPORTE DE LA PRÁCTICA

1. Reportar contenido de $\text{CO}_3^{=}$, HCO_3^- , alcalinidad total, dureza total, dureza de Ca_{+2} y dureza de Mg_{+2} .
2. Comparar valores obtenidos en el laboratorio con valores bibliográficos
3. y hacer un análisis de los resultados.
4. ¿Qué causa la dureza en el agua?
5. Dé las reacciones que ocurren en la determinación de dureza y alcalinidad, ¿cómo se relacionan?
6. ¿Cómo se definen las diferentes formas de alcalinidad de las aguas?
7. ¿Qué interferencias se pueden presentar en la determinación?
8. ¿Qué importancia tiene la determinación?

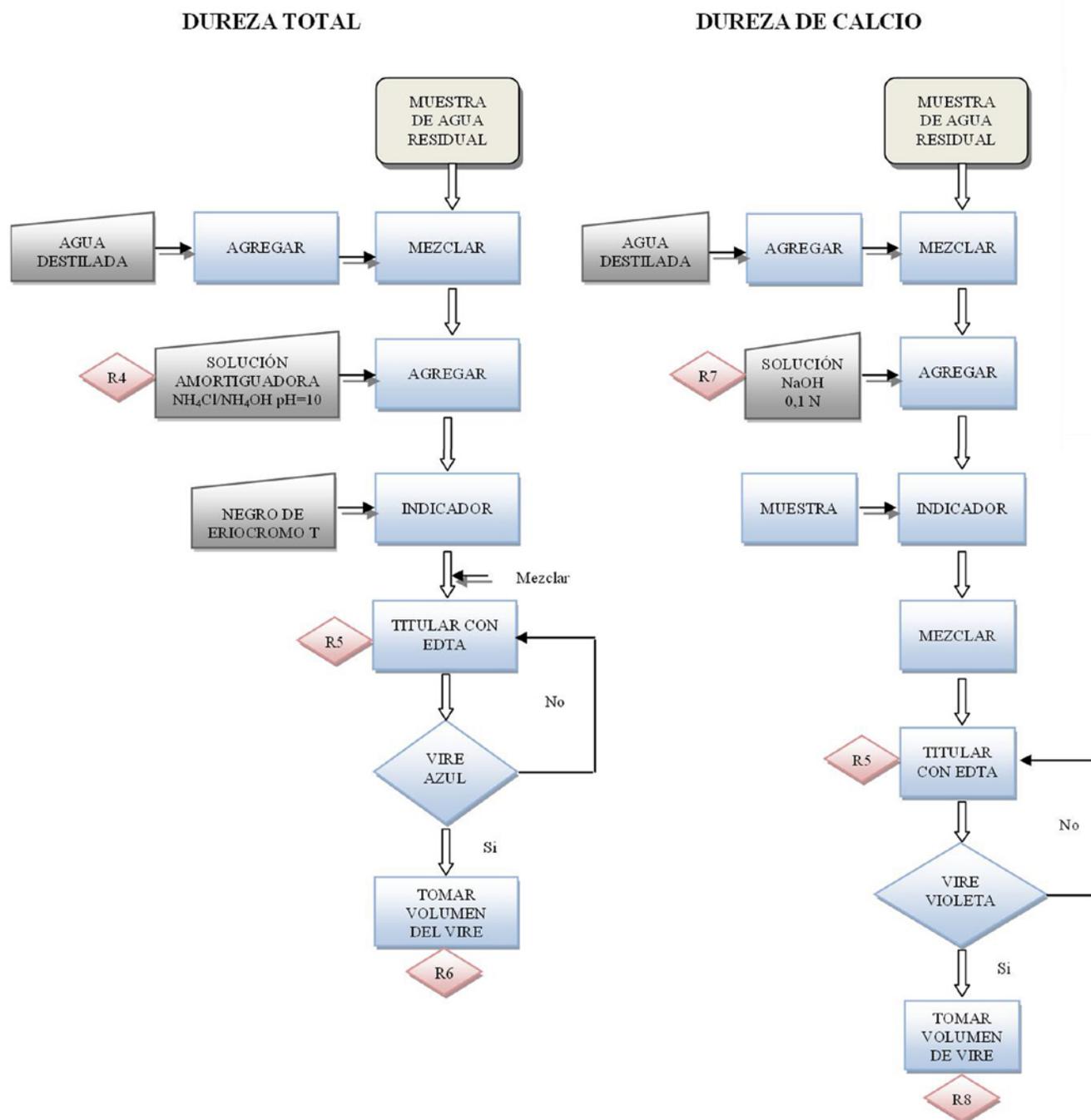
DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD



R1 y R2 = Guardar soluciones en respectivo frasco etiquetado.

R3 = Desechar en la tarja.

DETERMINACIÓN DE DUREZA



R4 = Guardar el sobrante de solución Amortiguadora de $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$ en frasco etiquetado.

R5 = Guardar el sobrante de la solución de EDTA en frasco etiquetado.

R7 = Guardar el sobrante de solución de NaOH en frasco etiquetado.

R6 y R8 = Neutralizar y desechar en la tarja.

OBJETIVO

- Determinar la cantidad de sílice (SiO_2) en una muestra de agua potable y agua residual, mediante el método de molibdosilicato.
- Analizar la importancia del contenido de sílice en aguas y evaluar mediante criterios de calidad.

INTRODUCCIÓN

La sílice es el segundo elemento más abundante del planeta y se encuentra en la mayoría de las aguas. Es el constituyente común de las rocas ígneas, el cuarzo y la arena. La sílice existe normalmente como óxido (como SiO_2 en la arena y como silicato SiO_3). Puede estar en forma insoluble, soluble y coloidal. Muchas aguas naturales contienen entre 1 y 40 ppm de sílice, pudiendo llegar a 100 ppm. Las aguas volcánicas las contienen en abundancia. El análisis de sílice en el agua de alimentación de las calderas de alta presión, es de gran importancia para evitar la formación de depósitos duros de sílice en los tubos de las calderas y en las aspas de las turbinas de vapor. Es importante conocer el contenido de sílice en aguas de uso industrial y aguas de desecho. El análisis de sílice, también proporciona un método sensitivo para el control de la operación los desmineralizadores, ya que la sílice es una de las primeras impurezas que salen a través de una unidad agotada. Se puede eliminar la sílice del agua por intercambio iónico y destilación.

La determinación de sílice en agua se basa en la espectrofotometría de absorción en la región visible. Su relación cuantitativa se basa en la Ley de Lambert y Beer que indica, que la absorción de la radiación es proporcional a la concentración de la sílice presente. La sílice y los fosfatos reaccionan con el Ion molibdato en solución ácida ($\text{pH} = 1.2$ a 1.5), formando un complejo de color amarillo de silicomolibdato y fosfomolibdato. Se adiciona ácido oxálico para destruir el fosfomolibdato. El silicomolibdato permanece sin cambio. La intensidad del color se mide a 410 nanómetros y es proporcional a la concentración de sílice presente. El material y los reactivos contaminados pueden aumentar la cantidad de la sílice en la muestra por analizar.

La turbidez y el color, en caso de estar presentes, se pueden eliminar tratando la muestra con carbón activado. Evítense el uso del material de vidrio corriente y use reactivos analíticos de la más alta pureza. Es recomendable guardar todos los reactivos en frascos de plástico. Cualquier espectrofotómetro que pueda usarse a longitud de onda de 410 nm, provisto con un paso de luz de 1 cm.

CONCEPTOS A REVISAR

- Principales fuentes de sílice en el agua.
- Fundamento de la determinación de sílice por el método de molibdosilicato.
- Principales interferencias en la determinación de sílice por el método molibdosilicato.
- Fundamento del uso de curva patrón.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Matraz aforado de 100 ml.
1 Pipeta volumétrica de 1 ml.
2 Pipetas volumétricas de 2 ml.
1 Espectrofotómetro.
2 Celdas para espectrofotómetro de 1 cm.

SOLUCIONES Y REACTIVOS

HCl 1:1.
 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ al 7.5%.
 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ al 10%, pH 7-8.
Agua potable y residual.
Agua destilada

NOTA. Consultar las hojas de seguridad para reactivos, en el laboratorio.

PROCEDIMIENTO

1. En un matraz aforado de 100 ml. poner 50 ml. de una muestra de agua y añadir en sucesión rápida 1 ml. de ácido clorhídrico y 2 ml. de molibdato de amonio. Mezclarse invirtiendo seis veces, por lo menos. Paralelamente preparar un blanco de reactivos con agua destilada.
2. Agregar 2 ml. de ácido oxálico y mézclese completamente.

- Esperar alrededor de 5 a 10 minutos para que se desarrolle un color amarillo.
- Leer la muestra en un espectrofotómetro a una longitud de 410 nanómetros al cabo de 2 min. pero antes de 15 min. desde la adición del ácido oxálico (para leer y evitar la pérdida de color).

CÁLCULOS

Realizar la gráfica:

$$Y = mx + b$$

$$A = mC + b$$

CURVA DE SÍLICE	
CONCENTRACIÓN mg SiO ₂ / L	ABSORBANCIA
0	0
4.73	0.115
14.19	0.124
23.65	0.185
47.3	0.337
70.95	0.422
141.9	0.839
236.5	1.31

RESULTADOS

Obtener la gráfica de la curva tipo graficando A vs concentración de SiO₂ en mg/ L

Donde:

A = absorbancia leída a 410 nm

m = pendiente de la curva tipo

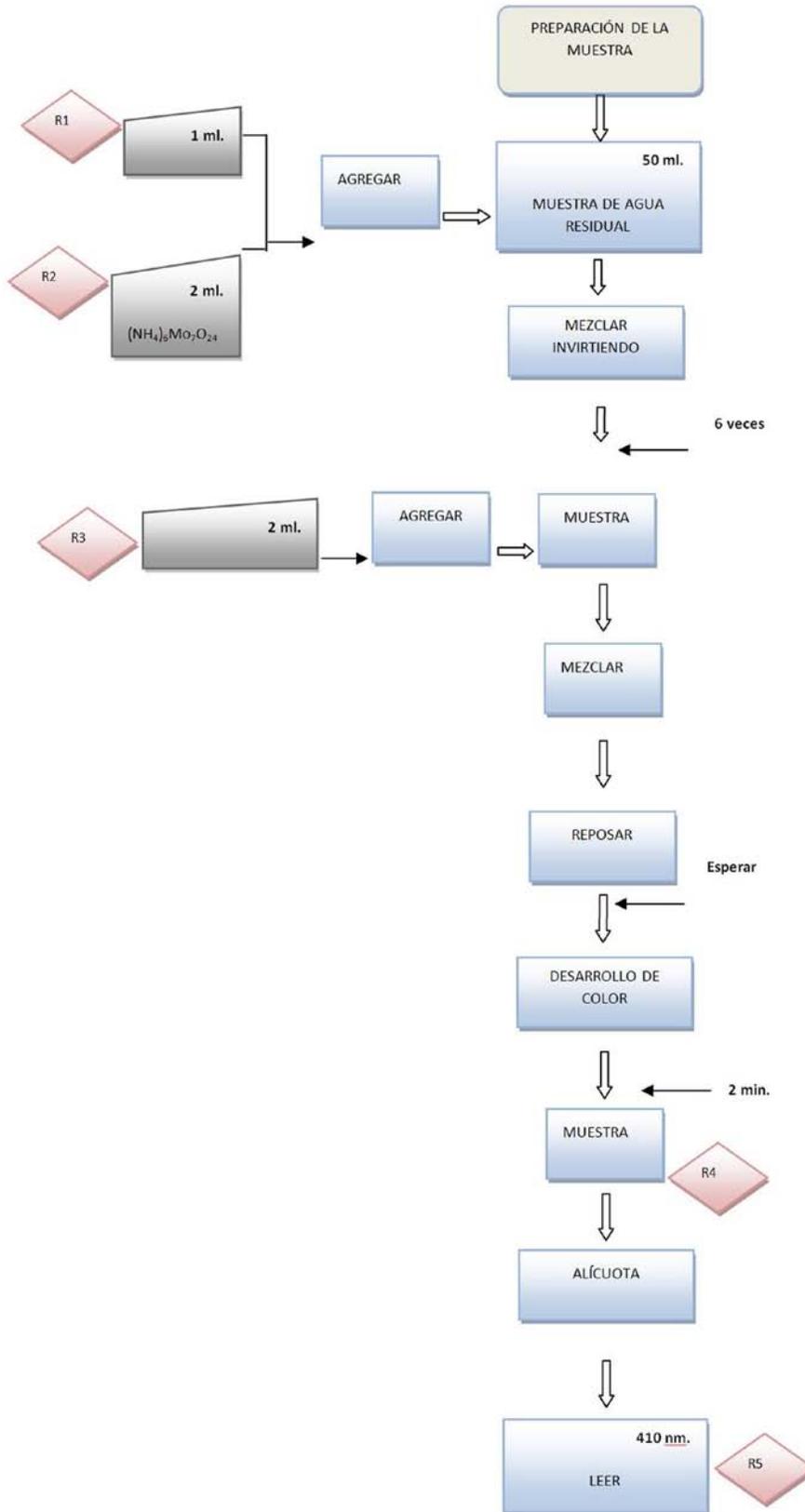
C = concentración

b = ordenada al origen

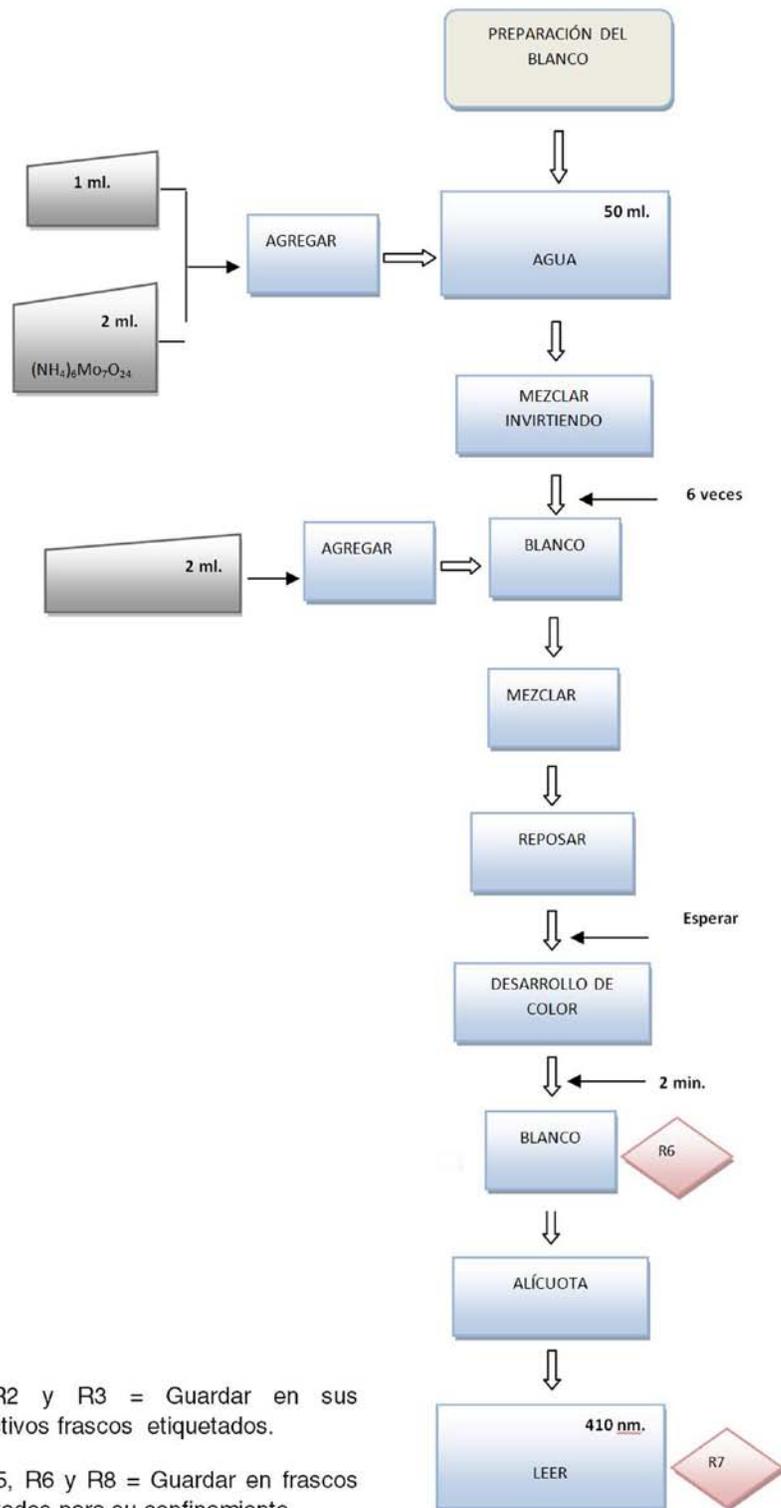
REPORTE DE LA PRÁCTICA

- Obtener la concentración de mg SiO₂/L, hacer una comparación con lo reportado en la norma y evaluar la calidad.
- ¿Qué importancia tiene la determinación de sílice?
- ¿Qué otros métodos existen para determinar sílice?
- ¿Por qué se agrega ácido oxálico?
- Explica si es necesario hacer una digestión de la muestra

DETERMINACIÓN DE SÍLICE



DETERMINACIÓN DE SÍLICE (BLANCO DE REACTIVOS)



OBJETIVOS

- Determinar cantidad de fosfatos (PO_4^{-3}) presentes en aguas residuales por el método colorimétrico de cloruro estanoso.
- Analizar la importancia del contenido de fosfatos en aguas y evaluar mediante criterios de calidad.

INTRODUCCIÓN

El fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente en forma de fosfatos, fosfatos condensados o polifosfatos y fósforo orgánico. Aparecen disueltos, en partículas o detritus y en los cuerpos de los organismos acuáticos. En general, se considera que el fósforo es el principal elemento limitante del crecimiento de las plantas en las aguas dulces de las zonas templadas. Por eso es el principal indicador del grado de eutrofización de un agua; a mayor concentración de fósforo, mayor eutrofia. El fósforo total incluye compuestos diversos como, ortofosfatos, polifosfatos y fósforo orgánico. La determinación se hace convirtiendo todos ellos en ortofosfatos que son los que se determinan por análisis químico.

Clasificación de las diferentes formas de fosfatos en aguas residuales:

- **Polifosfatos.** Se añaden en pequeñas cantidades a algunos suministros de agua durante su tratamiento. También se incorporan a las aguas cuando el agua se utiliza para limpieza, ya que son los componentes principales de muchos detergentes.
- **Ortofosfatos.** Se aplican como fertilizantes en agricultura y son arrastrados en las aguas superficiales por el escurrimiento generado por las lluvias. La descomposición química o biológica de los polifosfatos pueden producir ortofosfatos.
- **Fósforo orgánico.** Es aportado al alcantarillado incluido en los residuos orgánicos. También se puede formar por procesos biológicos a partir de los ortofosfatos.

Las interferencias, precisión, exactitud y sensibilidad de la determinación dependerán del método colorimétrico a utilizar, más que por el procedimiento de digestión. La conversión de las formas fosforadas (polifosfatos y fosfatos orgánicos) en ortofosfato disuelto se puede realizar por diferentes métodos: Para la conversión de los “polifosfatos” o “fosfatos condensados” en ortofosfato disuelto, es preciso realizar una hidrólisis ácida, a la temperatura de ebullición del agua, con ácido sulfúrico por ejemplo. Tras la hidrólisis se pueden seguir dos caminos, dependiendo de la determinación que queramos realizar:

- Si se quiere determinar “polifosfatos”: Se puede proseguir con una determinación colorimétrica de los ortofosfatos, correspondiendo el contenido de fosfatos condensados a la diferencia entre los ortofosfatos hallados tras la hidrólisis ácida y los ortofosfatos medidos en la muestra no tratada.
- Si se quiere determinar “fósforo total”, se debe realizar, además, una digestión capaz de oxidar la materia orgánica para liberar el fósforo como ortofosfato y poder ser determinado colorimétricamente junto con el ortofosfato procedente de los polifosfatos y con el ortofosfato existente como tal.

Para la conversión del “fósforo orgánico”, en ortofosfato disuelto, es preciso realizar una digestión oxidante capaz de oxidar la materia orgánica eficazmente para liberar el fósforo como ortofosfato.

Hay tres métodos de “digestión” principales:

- Método del ácido perclórico: es el más drástico y lento, siendo recomendable para muestras difíciles, como las de sedimentos.
- Método del ácido nítrico–ácido sulfúrico: recomendado para la mayoría de las muestras. Con este método, la hidrólisis y la “digestión” se realizan simultáneamente.
- Método de persulfato amónico o potásico: es el más sencillo.

El análisis del fósforo total incluye dos pasos principales en los métodos:

- Conversión de las formas fosfatadas (polifosfatos y fosfatos orgánicos) en ortofosfatos disueltos (hidrólisis ácida y digestión oxidante).
- Determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto como tal y/o procedente de las formas fosfatadas.

CONCEPTOS A REVISAR

- Formas de fosfatos presentes en aguas potables y residuales.
- Principales interferencias en la determinación de fosfatos por el método

- colorimétrico de cloruro estanoso.
- Proceso de Eutrofización.
- Métodos de tratamiento para remover fosfatos en aguas.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Vaso de p.p de 150 ml.
 1 Pipeta graduada de 10 ml.
 1 Parrilla.
 1 Perilla de goma.
 1 Probeta de 100 ml.
 1 Espectrofotómetro.
 2 Celdas para Espectro.
 Papel filtro

SOLUCIONES Y REACTIVOS

H_2SO_4 al 30 %
 $(NH_4)_2S_2O_8$
 Indicador fenoftaleína.
 $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ al 2.5%.
 $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ al 2.5%.
 Agua destilada.
 Agua residual.

NOTA. Consultar las hojas de seguridad para reactivos, en el laboratorio.

PROCEDIMIENTO

1. Colocar en un vaso de precipitado de 150 ml.(enjuagado previamente con HCl), 50 ml. de agua residual (muestra bien mezclada, exenta de color y turbidez).
2. Prepárese un blanco de reactivos con agua destilada, y darle el mismo tratamiento que a la muestra de agua residual.
3. Añadir una gota de solución indicadora fenolftaleína. Si aparece un color rosa pálido, añadir gota a gota, solución de H_2SO_4 al 30% hasta que empiece a decolorarse.
4. A esta solución agregar 1 ml. más de H_2SO_4 al 30% y 0.4 g $(NH_4)_2S_2O_8$.
5. Hervir suavemente hasta llegar a volumen aproximado de 10 ml.

6. Dejar enfriar a temperatura ambiente y diluir a 30 ml. con agua destilada.
7. Agregar una gota de indicador de fenolftaleína, si la muestra vira a rosa pálido, añádase gota a gota solución H_2SO_4 al 30% hasta decoloración.
8. Complétese a 100 ml. con agua destilada.
9. Añádanse, mezclando bien tras cada adición, 4 ml. de reactivo de molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ al 2.5% y 10 gotas de cloruro estano $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ al 2.5%.
10. Medir la absorbancia de la muestra, en un lapso de tiempo no mayor de 10 minutos, a una longitud de onda de 690 nm. utilizando un blanco de reactivos.

CÁLCULOS

Considerando la ecuación de la curva determinar por interpolación las concentraciones de $\text{mg PO}_4^{-3}/\text{l}$ en la muestra de agua.

$$Y = mx + b$$

$$A = mC + b$$

CONCENTRACIÓN ($\text{mg PO}_4^{-3}/\text{l}$)	ABSORBANCIA
0	0
0.1997	0.049
0.3999	0.068
0.7989	0.112
1.1984	0.183
1.5010	0.226

RESULTADOS

Obtener la gráfica de la curva tipo graficando A vs concentración de PO_4^{-3} en mg/ L

Donde

A = absorbancia leída a 690 nm

m = pendiente de la curva tipo

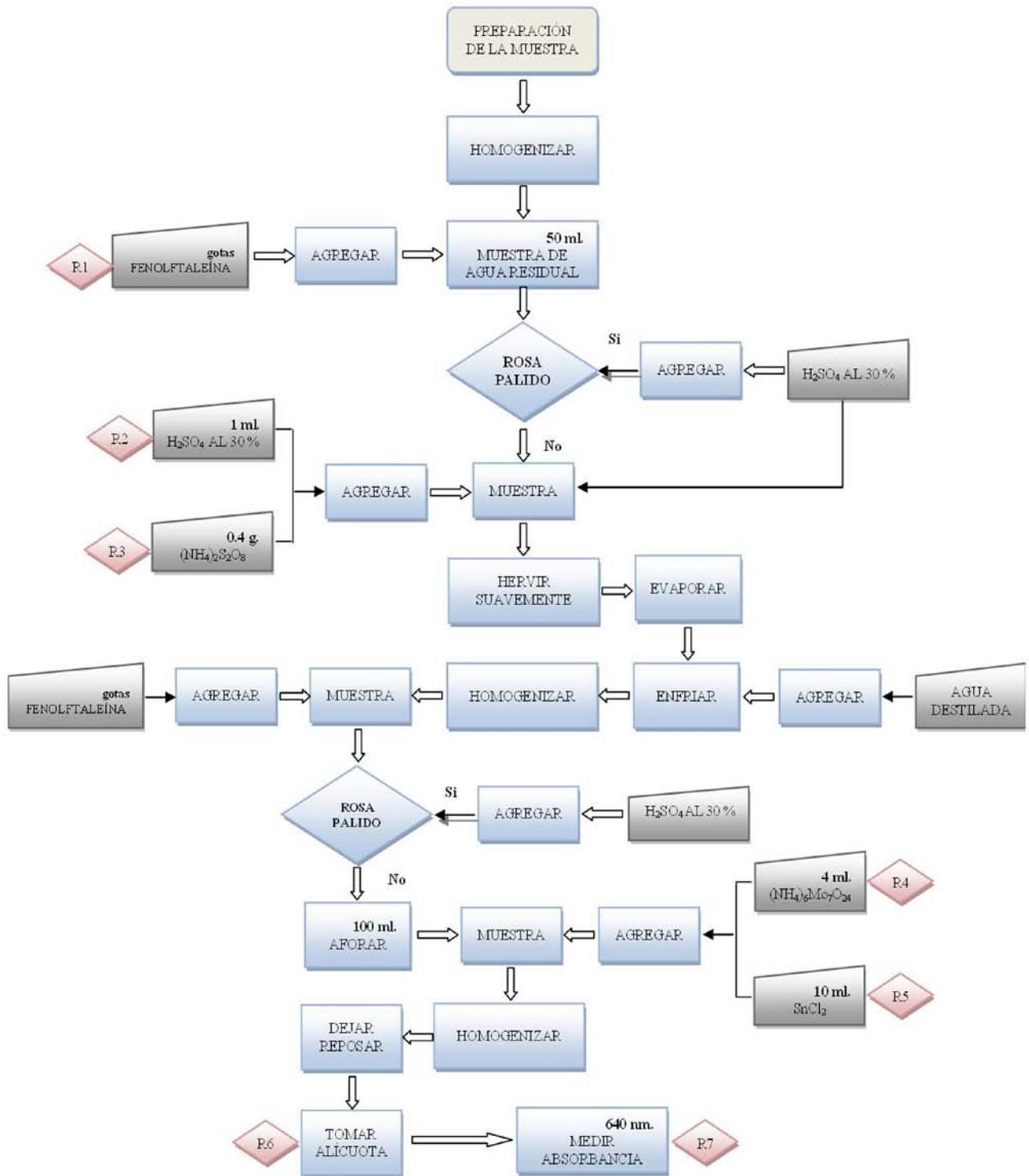
C = concentración

b = ordenada al origen

REPORTE DE LA PRÁCTICA

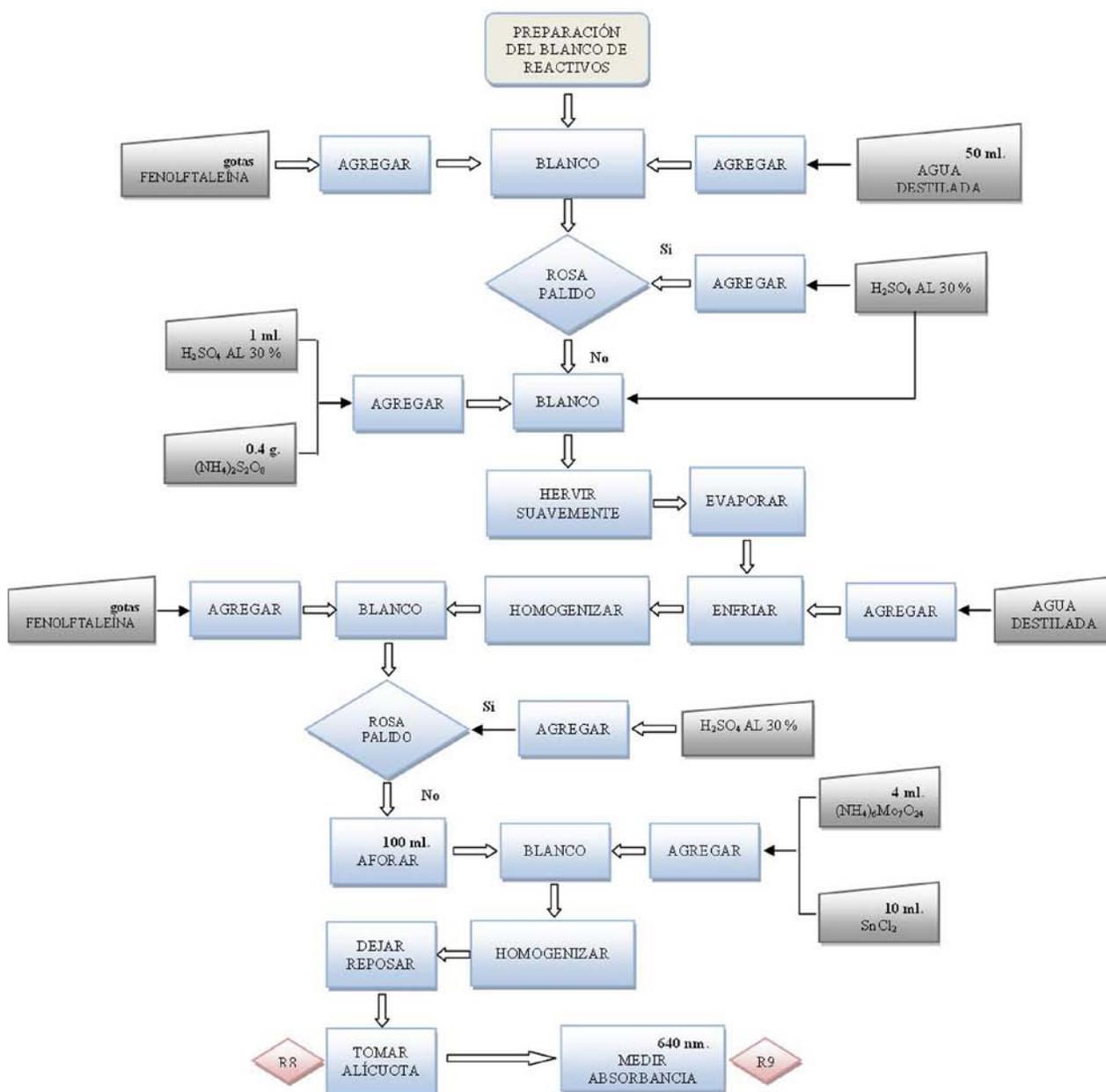
1. Obtener la concentración de $\text{mg PO}_4^{-3} / \text{L}$, hacer una comparación con lo reportado en la norma y evaluar la calidad.
2. ¿Qué importancia tiene la determinación?
3. ¿Por qué la muestra debe estar en medio ácido?
4. ¿Qué complejos se forman al agregar el molibdato?
5. Si la muestra tiene color y turbidez, ¿cómo se eliminan?
6. ¿Por qué se hace la digestión de la muestra?
7. ¿Por qué el material debe lavarse con HCl?
8. ¿Principalmente para qué tipo de aguas se hace este análisis?

DETERMINACIÓN DE FOSFATOS



DETERMINACIÓN DE FOSFATOS

(BLANCO DE REACTIVOS)



R1, R2, R3, R4 y R5 = Guardar en sus respectivos frascos etiquetados.

R6, R7, R8 y R9 = Guardar en frascos etiquetados para confinamiento.

PRÁCTICA 5

HIERRO TOTAL

OBJETIVOS

- Determinar el contenido de hierro total presente en una muestra de agua residual; mediante el método colorimétrico de fenantrolina.
- Evaluar el contenido de hierro total en una muestra de agua residual, mediante criterios de calidad.

INTRODUCCIÓN

El hierro es una sustancia esencial para la vida; sólo existe en el organismo en pequeñas cantidades (trazas) pero su deficiencia se nota por participar en procesos vitales, mediante los cuales las células producen energía.

Algunas aguas subterráneas y drenajes superficiales ácidos pueden contener una cantidad de hierro bastante mayor.

El hierro del agua puede ocasionar manchas en la ropa de lavado y en la porcelana. Algunas personas son capaces detectar el gusto astringente dulce-amargo a niveles por encima de 1 mg/L.

En condiciones reductoras, el hierro existe en estado ferroso. En ausencia de iones que forman complejos, el hierro férrico no es significativamente soluble a menos que el pH sea muy bajo. Al exponerlo al aire o al añadir oxidantes, el hierro ferroso se oxida al estado férrico y puede hidrolizarse para formar óxido férrico hidratado insoluble.

El cieno y la arcilla en suspensión pueden contener hierro soluble en ácido. Algunas veces se toman partículas de óxido de hierro con la muestra de agua por el desprendimiento de herrumbre desde las tuberías. El hierro puede provenir, además, del tapón metálico utilizado para cerrar la botella de la muestra.

Los límites de detección y sensibilidad para el procedimiento espectrofotométrico de absorción atómica, el método de plasma de acoplamiento inductivo y el procedimiento colorimétrico de fenantrolina, son similares y en general adecuados para el análisis de aguas naturales o tratadas.

CONCEPTOS A REVISAR

- Principales fuentes de hierro en aguas naturales y residuales.
- Formas en las que se encuentra el hierro en aguas naturales y residuales.
- Fundamento del método colorimétrico de fenantrolina para la determinación de hierro total.
- Importancia de una digestión para determinar hierro total.
- Principales interferencias que pueden presentarse en la práctica.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Vaso de precipitados de 50 ml.
1 Matraz aforado de 25 ml.
1 Pipeta volumétrica de 25 ml.
1 Pipeta graduada de 2 ml.
1 Pipeta graduada de 1 ml.
1 Parrilla.
Perlas de ebullición
Espectrofotómetro con celdas

REACTIVOS

HCl concentrado.
Solución de Hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) al 10%
Solución tampón de acetato de amonio.
($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) a pH entre 2.9 a 3.5
Solución de Fenantrolina $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$
Agua residual.
Agua destilada.

NOTA. Consultar las hojas de seguridad para reactivos, en el laboratorio.

PROCEDIMIENTO

1. Colocar 25 ml. de agua residual, bien mezclada, en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
2. Agregar 1 ml. de HCl concentrado y 0.5 ml. de $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$. Mezclar hasta homogenizar la solución.
3. Hervir suavemente utilizando perlas de ebullición hasta reducir a un volumen aproximado de 15 ml-20 ml. Dejar enfriar.

4. Poner la muestra en un matraz aforado de 25 ml., agregar 5 ml de solución amortiguadora de $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ y 2 ml. de $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}_2\text{O}$. Aforar con agua destilada.
5. Mézclase y dejar un lapso de tiempo de 10 a 15 min. para desarrollar el color al máximo.
6. Realizar un blanco de reactivos.
7. Medir el color de la solución en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 510 nm.

CÁLCULOS

$$Y = mx + b$$

$$A = mC + b$$

CONCENTRACIÓN (mg Fe/ l)	ABSORBANCIA
0	0
0.1	0.017
0.2	0.034
0.4	0.053
0.6	0.076
0.8	0.098
1.0	0.120
1.2	0.142

RESULTADOS

Obtener la gráfica de la curva tipo graficando A vs concentración de Fe en mg/ L

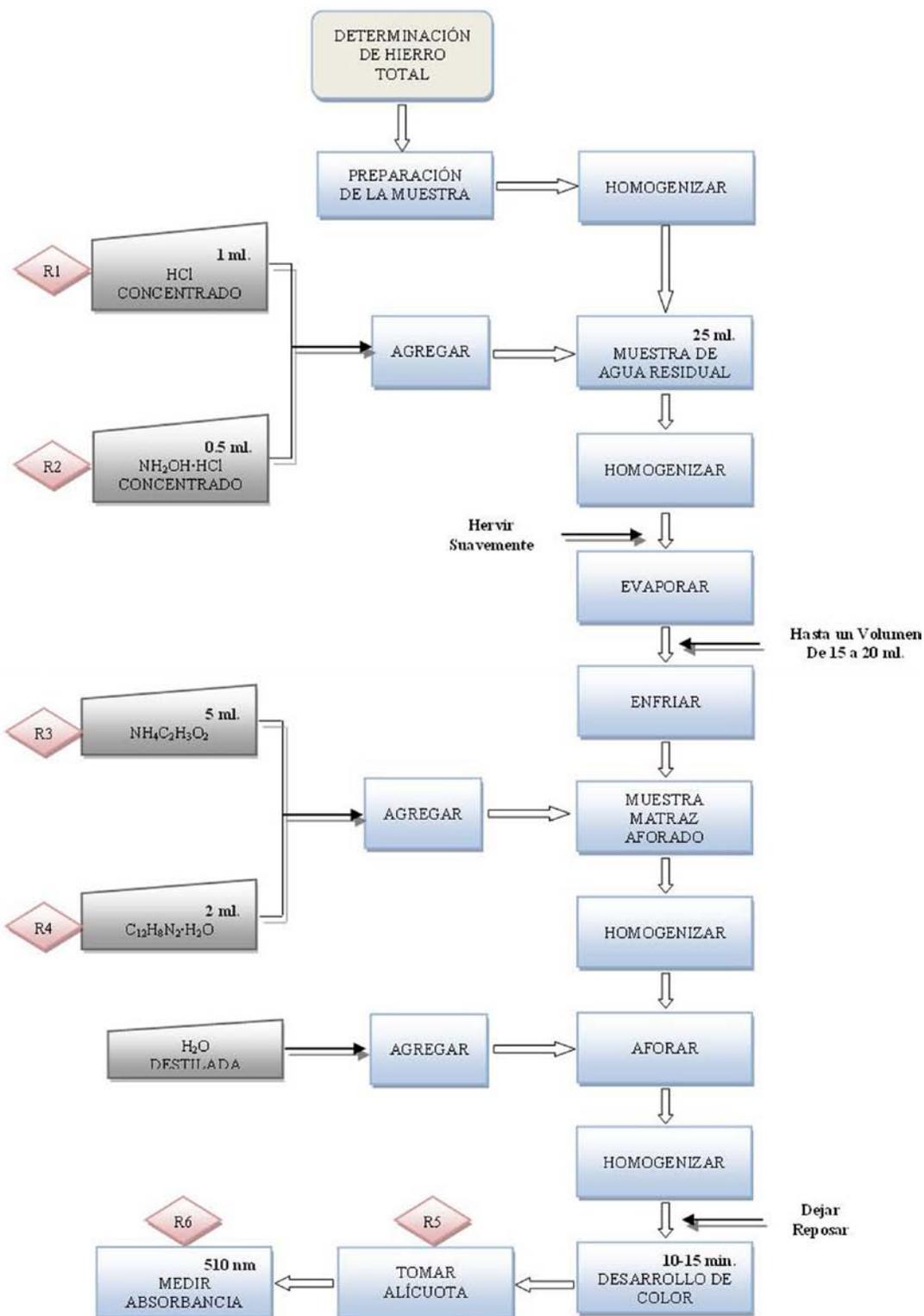
Donde

A = absorbancia leída a 510 nm
 m = pendiente de la curva tipo
 b = ordenada al origen

REPORTE DE LA PRÁCTICA

1. ¿Cuál es la importancia de la determinación de hierro total en aguas?
2. ¿Qué importancia tiene el pH en la determinación?
3. ¿Cuál es papel de la fenantrolina?
4. ¿Cuáles son los límites de concentración de Fe y Mn que debe de haber en aguas?
5. La presencia de materia orgánica, ¿cómo afecta la determinación Fe y Mn?
6. Las condiciones anaerobias, ¿cómo afectan la determinación de Fe?
7. ¿Qué otros métodos existen para la determinación de Fe?

DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL

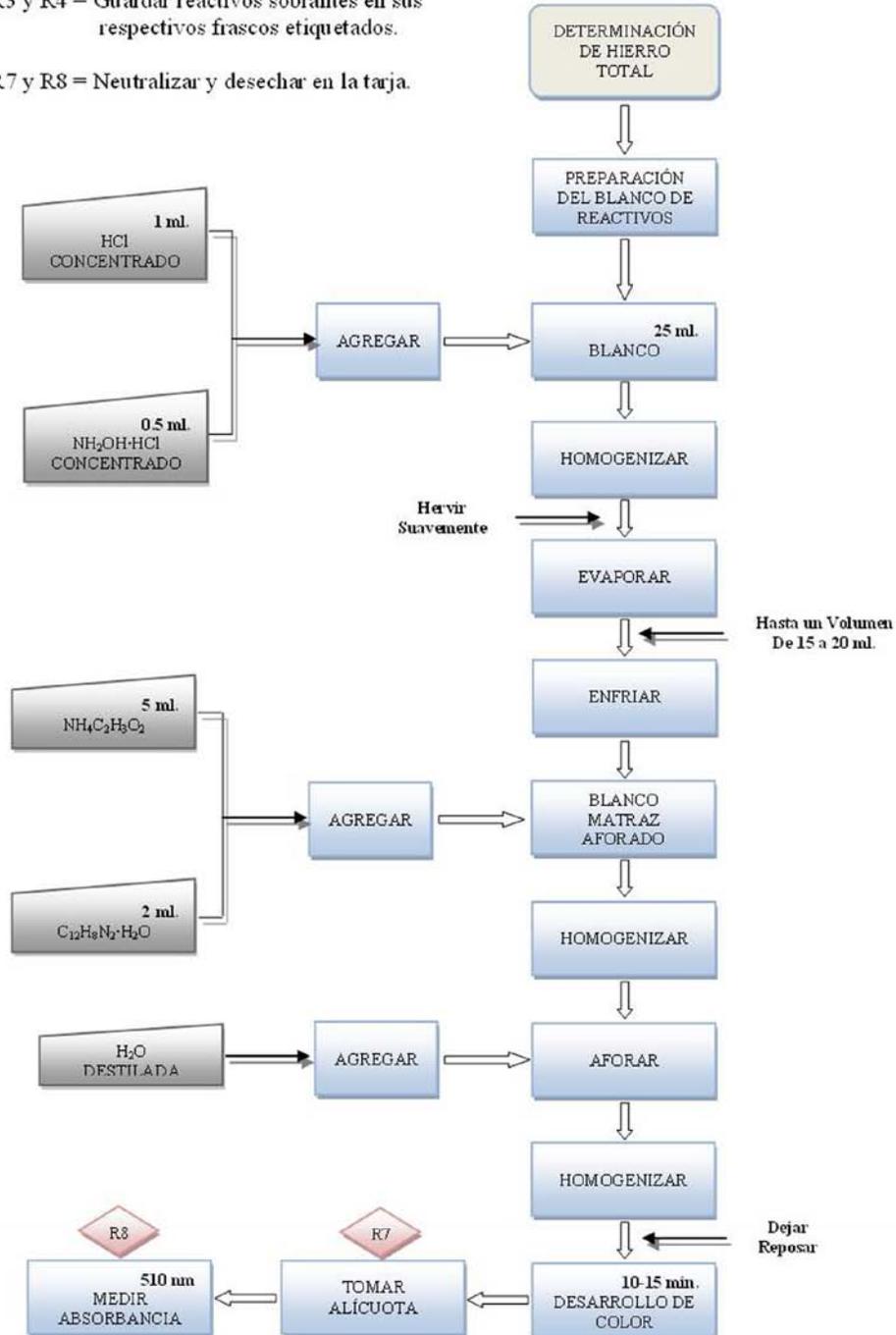


DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL

(BLANCO DE REACTIVOS)

R1, R2, R3 y R4 = Guardar reactivos sobrantes en sus respectivos frascos etiquetados.

R5, R6, R7 y R8 = Neutralizar y desechar en la tarja.



PRÁCTICA 6

SÓLIDOS TOTALES

OBJETIVOS

- Mediante análisis gravimétrico determinar los diferentes tipos de materiales sólidos que constituyen el valor absoluto de los sólidos totales.
- Analizar la importancia de la naturaleza de los diferentes tipos de materiales sólidos que le confieren una calidad a las aguas residuales.

INTRODUCCIÓN

Sólidos son los materiales suspendidos o disueltos en aguas limpias y residuales. Sólidos totales es la expresión que se aplica a los residuos de material que quedan en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a temperatura definida.

La mayor parte de los contaminantes de aguas son sólidos, disueltos o suspendidos. En un concepto general, los sólidos se definen como materia que permanece como residuo después de someterse a evaporación de una muestra de agua a una temperatura de 105 ° C.

Debido a la amplia variedad de materiales inorgánicos y orgánicos encontrados en los análisis de sólidos, las pruebas son de carácter empírico y relativamente simple de efectuarse.

Los sólidos pueden afectar negativamente a la calidad del agua o su suministro de varias maneras. Las aguas con abundantes sólidos disueltos suelen ser de menor potabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor ocasional. Por estas razones para las aguas potables es deseable un límite de 500 mg/L de sólidos disueltos.

Los análisis de sólidos son importantes en el control de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales, y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertido.

Sólidos Totales: $ST = SST + SDT = STV + STF$

Sólidos Totales Fijos: $STF = ST - STV$

Sólidos Totales Volátiles: STV

Sólidos Suspendido Totales: $SST = SSV + SSF$

Sólidos Suspendidos Fijos: $SSF = SST - SSV$

Sólidos suspendidos Volátiles: SSV

Sólidos Disueltos Totales: $SDT = SDV + SDF$

Sólidos Disueltos Fijos: $SDF = SDT - SDV$

Sólidos Disueltos Volátiles: SDV

CONCEPTOS A REVISAR

- Principales operaciones y materiales para el análisis gravimétrico.
- Evaporación y calcinación.
- Clasificación del material sólido contenido en las aguas residuales.
- Poner a peso constante una cápsula y un crisol Gooch.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Cápsula de porcelana.
 1 Crisol Gooch de 25 a 45ml con adaptador.
 1 Pipeta volumétrica de 25 ml.
 1 Probeta de 25 ml.
 1 Baño María con discos concéntricos.
 1 Agitador de vidrio.
 1 Matraz Kitazato.
 1 Manguera de hule.
 1 Perilla.
 1 Mechero Bunsen.
 1 Tripie con tela de asbesto.
 1 Equipo generador de vacío.
 Horno de secado.
 Horno de mufla.
 Balanza analítica.
 Desecador

PROCEDIMIENTO

1. Sólidos Totales

- 1.1. Pesar la cápsula de porcelana previamente puesta a peso constante W_1 .
- 1.2. Agregar 25 ml. de muestra de agua residual.
- 1.3. Evaporar a sequedad la muestra (en baño maría para no perder los sólidos, en la evaporación, en forma directa).
- 1.4. Colocar la cápsula de porcelana en la estufa por 15 min. a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 1.5. Colocar la cápsula en el desecador a temperatura ambiente y determi

- nar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso W2.
- 1.6. Colocar la cápsula de porcelana en la mufla a 600°C por 20 min., dejar enfriar la mufla a aproximadamente a 400°C, para abrirla.
 - 1.7. Repetir los pasos 4 y 5. Registrar como peso W3.

2. Sólidos Suspendidos

- 2.1. Colocar al Gooch el papel filtro.
- 2.2. Pesarse el Gooch (pesarlo con todo y el papel filtro) W4.
- 2.3. Tomar una muestra de 25 ml. y aplicar el vacío.
- 2.4. Colocar el Gooch en la estufa por espacio de 30 min. a 105°C.
- 2.5. Pasar el crisol al desecador a temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso W5.
- 2.6. Colocar la muestra en la mufla a 600°C por 20 min.
- 2.7. Repetir los pasos 4 y 5. Registrar como peso W6.

CÁLCULOS

- W1 = peso de la cápsula (g)
 W2 = peso de la cápsula + muestra seca.
 W3 = peso de la cápsula + cenizas de la muestra.
 W4 = peso del Gooch
 W5 = peso del Gooch + muestra seca.
 W6 = peso del Gooch + cenizas de la muestra.

$$ST \text{ mg/L} = \frac{W2 - W1}{25 \text{ ml}} \times 10^6$$

$$STV \text{ mg/L} = \frac{W2 - W3}{25 \text{ ml}} \times 10^6$$

$$STF = ST - STV$$

$$SST \text{ mg/L} = \frac{W5 - W4}{25 \text{ ml}} \times 10^6$$

$$SSV \text{ mg/L} = \frac{W5 - W6}{25 \text{ ml}} \times 10^6$$

$$SSF = SST - SSV$$

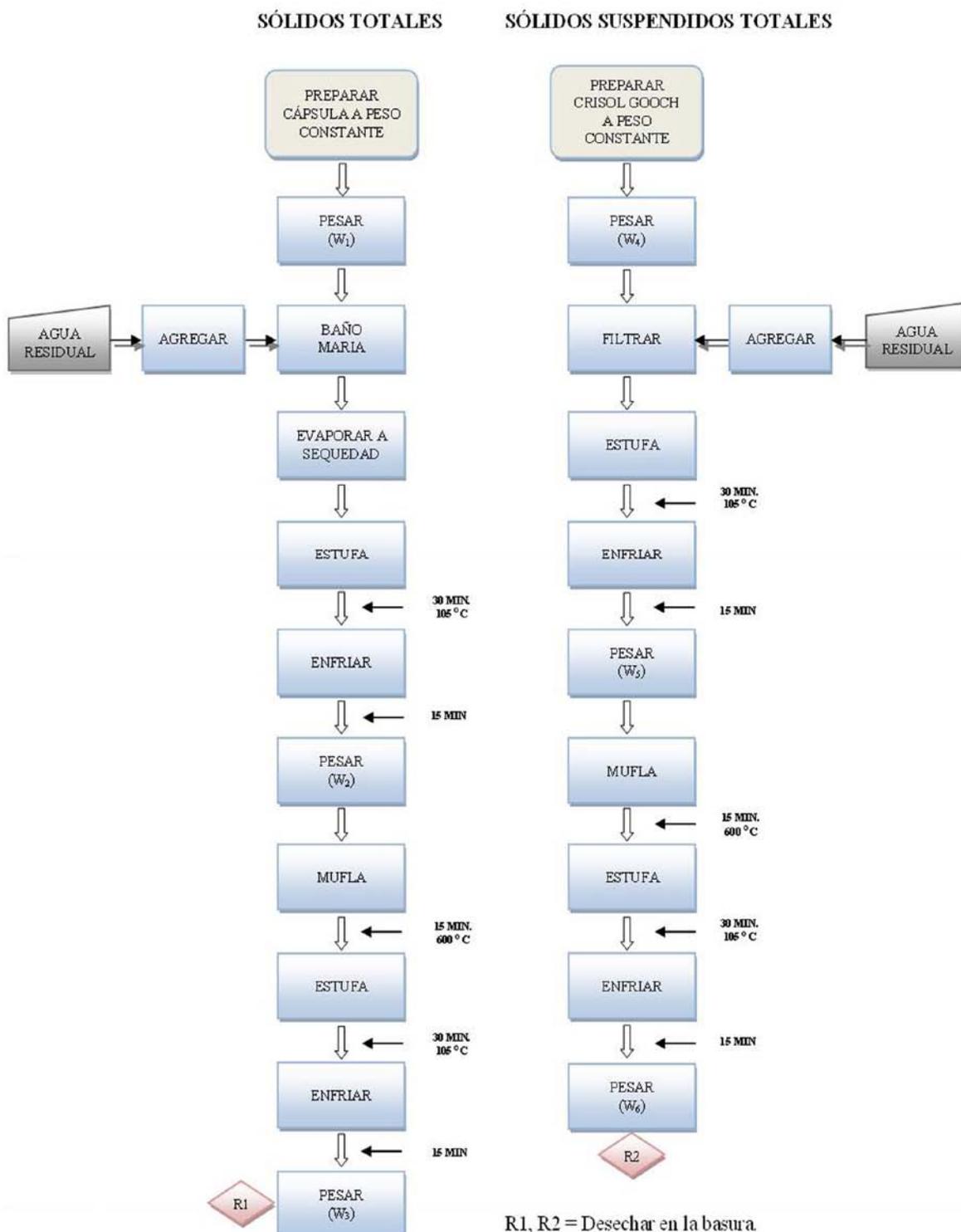
RESULTADOS

1. Anotar en una tabla los valores en mg/ L de ST, STF, STV, SST, SSF, SSV, SDT
2. Analizar los resultados obtenidos al compararlos con la normatividad vigente que corresponda, anotando los límites máximos permitidos.

REPORTE DE LA PRÁCTICA

1. ¿Qué importancia tiene la determinación de sólidos totales en aguas residuales y potables?
2. ¿Por qué se llevó a cabo la evaporación a una temperatura de 105 °C en la estufa?
3. ¿Por qué se llevan a la mufla las muestras a una temperatura de 600 °C?
4. ¿Qué representan los sólidos volátiles y los sólidos fijos?
5. ¿Cuáles son las principales sales inorgánicas en una muestra?

SÓLIDOS TOTALES



PRÁCTICA 7

COAGULACIÓN

OBJETIVOS

- Aplicar un proceso de coagulación para remover contaminantes y partículas suspendidas en aguas residuales.
- Estudiar diferentes coagulantes, mediante Prueba de Jarras, para elegir un coagulante eficaz en función de pH y concentración.

INTRODUCCIÓN

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.

La coagulación es un 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 los coagulantes químicos y la aplicación de la energía de mezclado. La coagulación es el tratamiento más eficaz pero también el que representa un gasto elevado cuando no está bien realizado. Es igualmente el método universal, porque elimina una gran cantidad de sustancias de diversas naturalezas 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 justificadas. 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.

MECANISMO DE COAGULACIÓN

La desestabilización se puede obtener por los mecanismos fisicoquímicos siguientes:

- Compresión de doble capa.
- Adsorción y neutralización de cargas.
- Inmersión en un precipitado.
- Puente coloide: polímero-coloide

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 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 $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$; habitualmente sales de metales trivalente 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 polímero y coloide.

COAGULANTES UTILIZADOS

Los coagulantes coagulantes son productos químicos que al adicionar al agua son capaces de producir una reacción química con los componentes químicos 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 y raramente se vuelven a formar en su tamaño y fuerza óptimos.

CONCEPTOS A REVISAR

- Estabilización y desestabilización coloidal.
- Prueba de Jarras.
- Coagulación y floculación.
- Factores importantes a considerar en la aplicación de un coagulante.
- Floculación pericinéctica y ortocinéctica.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Varilla de vidrio.
5 Vasos de precipitado de 500 ml.
1 Pipeta graduada de 10 ml.
1 Pipeta de 1 ml.
1 Perilla.
Vaso de precipitados 250 ml.
Potenciómetro.
Turbidímetro.

REACTIVOS

Agua residual.
Agua desionizada de triple filtración.
Sulfato de aluminio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ al 10%.
Cal Química al 10%.
 FeCl_3 al 10%.
NaOH 1 M.
 H_2SO_4 1 M

PROCEDIMIENTO

1. Caracterización de la muestra de agua residual: pH, Dureza, turbidez, SST y DQO (Esta última se realizará posteriormente en una sola sesión).
2. Colocar 300 ml. de agua residual en un vaso de precipitados, y con agitación adicionar la solución de coagulante al 10% de ml. en ml., 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 $Al_2(SO_4)_3$, 0.35 mg/L de cal hidratada dejar un vaso con agua como control.

Para determinar el pH óptimo.

1. En vasos de precipitados de 500 ml. colocar 300 ml. de agua residual. Adicionar H_2SO_4 1 M o NaOH 1 M para ajustar el pH de las muestras en un intervalo de 5 a 9, es decir, las muestras tendrán un pH de 5, 6, 7, 8 y 9.
2. Adicionar el coagulante a las muestras para alcanzar la concentración que se obtuvo en el punto uno (concentración constante).
3. Mezclar rápido durante 1 min., después mezclar lentamente durante 5 min de 10 a 20 rpm. Tomar el tiempo en el que se observa una buena formación de flóculos.
4. Esperar 20 min. para que se sedimente y luego, determinar en el sobrenadante, el pH y la turbidez de cada muestra.

Para determinar la dosis del coagulante.

1. Preparar cinco muestras de 300 ml de agua residual y ajustar al pH óptimo que se obtuvo en la prueba anterior.
2. Para esta prueba usar del 25% al 200% de la dosis del coagulante utilizado para la determinación del pH óptimo, probar cinco dosis diferentes.
3. Mezclar rápido durante 1 min., después mezclar lentamente durante 5 min de 10 a 20 rpm. Tomar el tiempo en el que se forman los flóculos.
4. Dejar sedimentar durante 20 min y determinar en el sobrenadante los SST, la turbidez, pH, dureza y DQO (esta última se realizará posteriormente en una sola sesión) de cada muestra.

RESULTADOS

1. Anotar los resultados de parámetros de calidad en una tabla.
2. Construir una gráfica de turbidez en función del pH
3. Elaborar una gráfica de turbidez en función de la dosis del coagulante

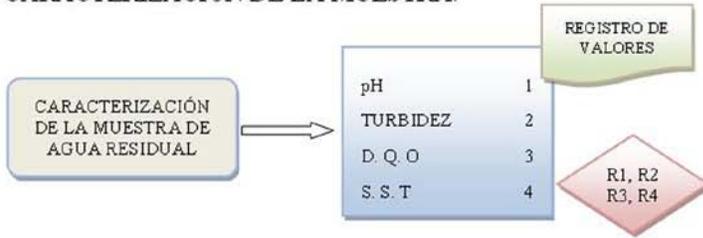
MUESTRA	Dosis de coagulante (ml) (mg/L)	Turbidez (NTU)	SST (mg/L)	Dureza (mg/L CaCO ₃)	DQO (mg/L O ₂)

REPORTE DE LA PRÁCTICA

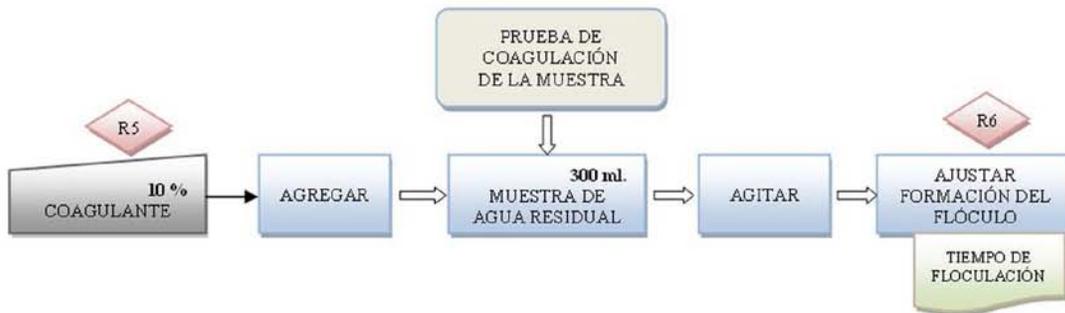
1. ¿Cuál es el pH y la dosis óptima de coagulante para cumplir con la norma que aplique?
2. ¿Qué importancia tiene el pH y la alcalinidad del agua para el tratamiento por coagulación?
3. ¿Qué finalidad tiene el mezclado rápido y lento?
4. De los coagulantes usados, ¿cuál recomendaría usted y por qué?

COAGULACIÓN

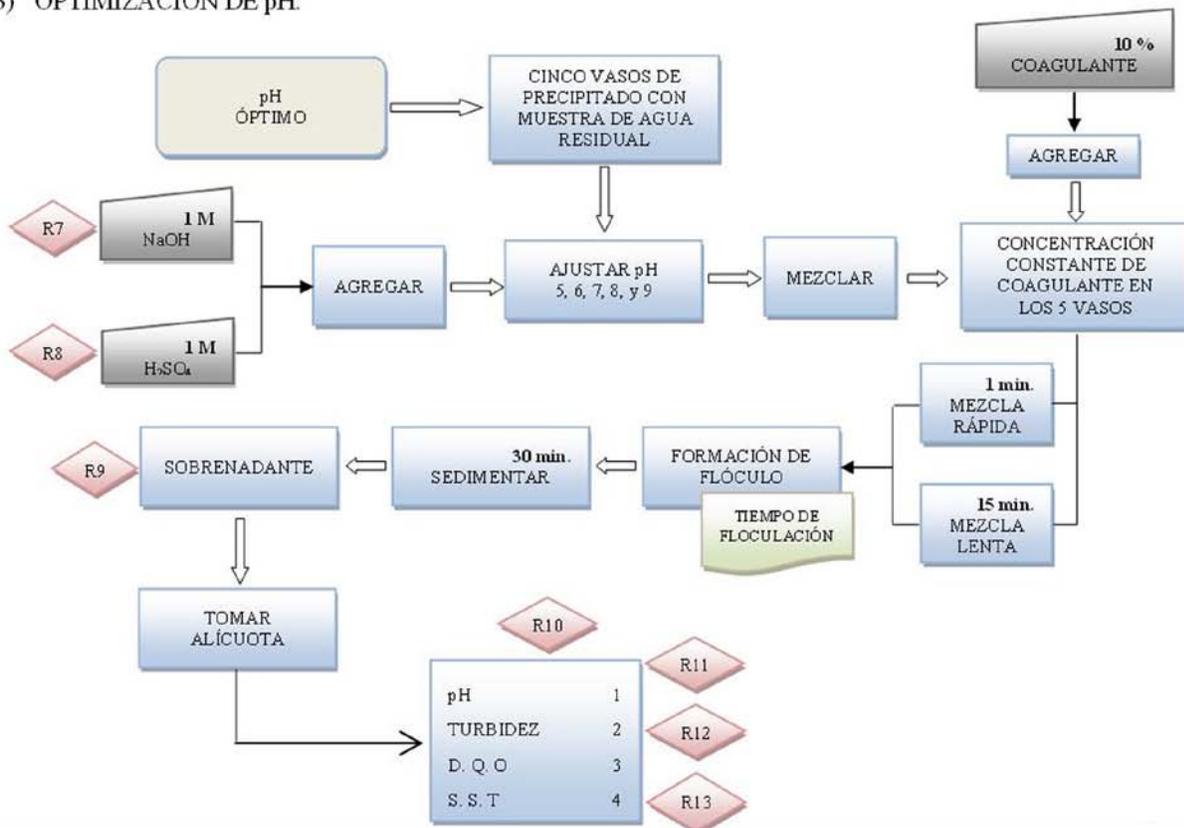
1) CARACTERIZACIÓN DE LA MUESTRA.



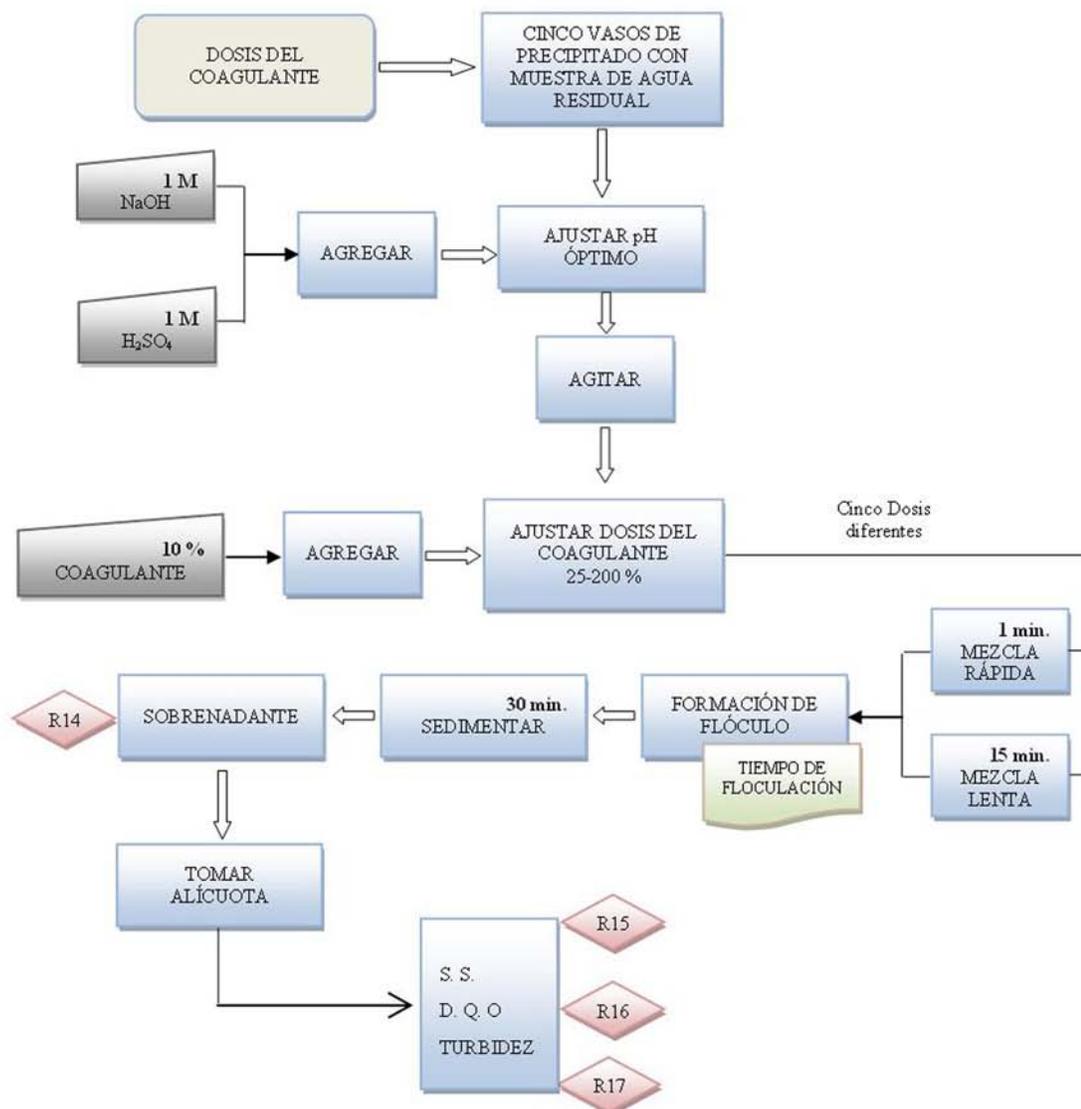
2) PRUEBA DE COAGULACIÓN



3) OPTIMIZACIÓN DE pH.



4) DOSIS DEL COAGULANTE



R1, R2, R10, R11 y R17 = Desechar en la tarja con abundante agua.

R3, R12 y R16 = Guardar en frascos etiquetados para su confinamiento.

R4, R13 y R15 = Desechar a la basura.

R5, R7 y R8 = Guardar en sus respectivos frascos etiquetados.

R6, R9 y R14 = Neutralizar y desechar en la tarja.

OBJETIVO

- A partir de un análisis de sedimentación, obtener la remoción de partículas con sedimentación floculenta, de importancia para el diseño de sedimentadores primarios.

INTRODUCCIÓN

La sedimentación es un proceso que se utiliza para clarificar el agua. Durante el proceso se separan los sólidos en suspensión mediante fuerzas gravitacionales; en una planta convencional, para tratar aguas residuales mediante lodos activados, la sedimentación se aplica en tres partes:

- En los desarenadores (sedimentación discreta).
- En los clarificadores primarios (sedimentación floculenta).
- En los sedimentadores secundarios de lodos biológicos colocados después del reactor aireado (sedimentación zonal).

Hay tres tipos de sedimentación, de acuerdo con la naturaleza de las partículas sólidas que se encuentran en la suspensión:

- **Sedimentación Discreta.** En esta sedimentación, las partículas sólidas mantienen su tamaño; forma densidad durante el proceso, por lo tanto la velocidad de su sedimentación es constante.
- **Sedimentación Floculenta.** Para este caso, debido a la coalescencia, el diámetro efectivo de las partículas aumenta, por lo que cambia tanto la gravedad específica como la velocidad de sedimentación.
- **Sedimentación Zonal.** Este tipo de sedimentación se presenta con lodos biológicos o químicos, cuando los sólidos suspendidos exceden concentraciones de 500 mg/L.

CONCEPTOS A REVISAR

- Importancia de una “clarificación” en tratamiento de aguas.
- Operaciones que conforman una “clarificación”.
- Factores que influyen en una sedimentación.
- Técnica para determinar los Sólidos Suspendidos Totales

MATERIAL Y EQUIPO

1 Vaso de precipitados de 1000 ml.
1 Probeta de 100 ml.
1 Probeta de 1000 ml.
1 Pipeta volumétrica de 25 ml.
2 Crisoles Gooch 25 a 40 ml. con adaptador
Filtros para sólidos suspendidos
Bomba de vacío.
Estufa.
Balanza analítica.
Cronómetro.
Agitador de vidrio

REACTIVOS

Coagulante
Agua residual

PROCEDIMIENTO

1. Determinar SST (SST_0) de la muestra.
2. Preparar 1.5 L de agua residual con pH y dosis óptimas de coagulante.
3. Mezclar rápidamente durante 2 min., después mezclar lentamente durante 10 min. Tomar el tiempo en el que se inicie la floculación.
4. Pasar con cuidado, a una probeta de 1000 ml., la muestra con partículas floculentas evitando que los flóculos se rompan.
5. Dejar reposar para permitir la sedimentación y medir la altura de la interface a diferentes tiempos (cada 5 min), durante 20 min o hasta que ya no se observe ninguna variación.

6. Determinar en el sobrenadante los sólidos suspendidos totales (SST).
7. Al terminar se habrán obtenido los sólidos suspendidos residuales, así como los sólidos suspendidos removidos.
8. Medir el volumen de los lodos. Eliminar con cuidado el sobrenadante para no perder los lodos; medir la humedad y la concentración de sólidos suspendidos totales.

CÁLCULOS

1. Calcular de la siguiente forma la fracción de sólidos suspendidos totales residuales (X_0):

$$X_0 = \frac{SST \text{ (Sólidos suspendidos totales)}}{SST_0 \text{ (Sólidos suspendidos totales iniciales)}}$$

y en porcentaje:

$$Y = \frac{SST}{SST_0} \times 100$$

2. Para calcular la fracción y porcentaje de los sólidos totales removidos:

$$\text{Fracción de SST removidos} = 1 - X_0$$

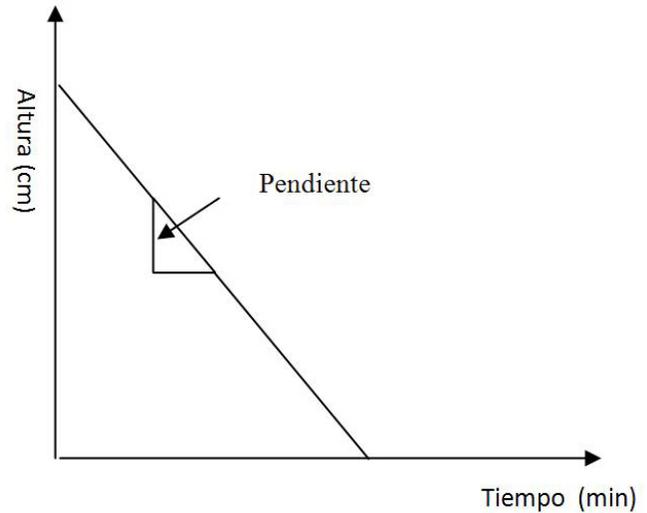
En porcentaje:

$$SST \text{ removidos} = 100 - Y = 100 - \frac{SST}{SST_0} \times 100$$

RESULTADOS

Elaborar una gráfica de la variación de la altura en función del tiempo para obtener la velocidad de sedimentación:

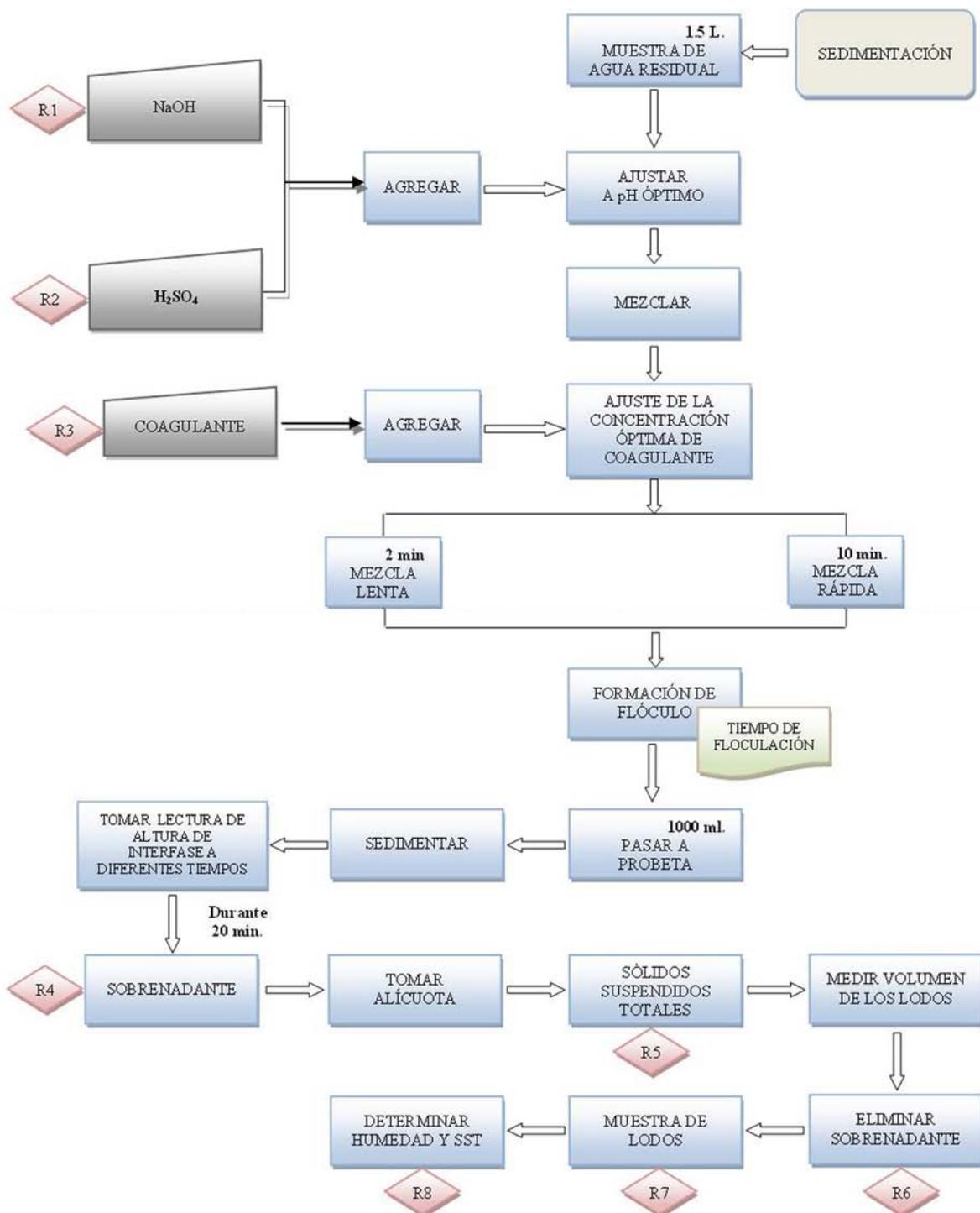
Tiempo (min)	Altura (cm)
0	
5	
10	
15	
20	



REPORTE DE LA PRÁCTICA

1. Calcular la fracción y porcentaje de sólidos totales removidos.
2. Determinar la remoción total de sólidos si el tiempo de retención es de 60 min.
3. Calcular la cantidad de sólidos en (Kg/d) que se separan, ya que se les debe dar algún tratamiento.
4. ¿En qué casos es aplicada principalmente este tipo de sedimentación?
5. ¿Qué variables afectan la sedimentación de partículas floculentas?

SEDIMENTACIÓN



R1, R2 y R3 = Guardar los reactivos en sus respectivos frascos etiquetados.
 R4 y R6 = Neutralizar y desechar en la tarja.
 R5, R7 y R8 = Desechar a la basura.

PRÁCTICA 9

OXÍGENO DISUELTO

OBJETIVOS

- Determinación de oxígeno disuelto en agua potable y agua residual por el método de Winkler.
- Comprender la importancia de la determinación de oxígeno disuelto como parámetro de medición de contaminación en el agua y como control en los procesos de tratamiento aerobio.

INTRODUCCIÓN

En casi todas las aguas la cantidad de oxígeno disuelto es variable. En aguas naturales y residuales, depende de la actividad física, química y bioquímica del sistema de aguas. En agua pura, a la temperatura ambiente, el oxígeno se disuelve a una concentración aproximada de 8.5 mg/L. La solubilidad disminuye conforme aumenta tanto la cantidad de sólidos disueltos así como la temperatura, pero se incrementa al aumentar la presión. El análisis de oxígeno disuelto es una prueba clave en la contaminación del agua, y en el control del proceso de tratamiento de aguas residuales. En aguas industriales, el oxígeno disuelto tienen un interés primordial debido a su relación con las reacciones de corrosión. Incluso, cantidades pequeñísimas de oxígeno en el agua de la caldera y en el agua de alimentación pueden provocar una corrosión severa. La experiencia ha demostrado que el contenido de oxígeno disuelto en el agua de alimentación, para calderas a alta presión, debe ser inferior a 0.03 mg/L.

Un procedimiento de uso frecuente para la determinar la concentración de OD es el método Winkler. En este procedimiento, el oxígeno disuelto se reduce por la presencia de Mn^{2+} a pH elevado. Donde el $MnO_{2(s)}$ es un precipitado café.

CONCEPTOS A REVISAR

- Principales reacciones redox en análisis de aguas.
- Fundamento del método de Winkler para la determinación de oxígeno disuelto.
- Interferencias que se pueden presentar en la determinación de oxígeno disuelto.

- Saturación del aire-agua en condiciones normales de presión y temperatura.

MATERIAL Y EQUIPO

- 2 Pipetas graduadas de 2 ml.
- 3 Matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- 1 Probeta de 100 ml.
- 1 Bureta de 50 ml.
- 1 Soporte universal con pinzas y nuez.
- 1 Vaso de p.p de 50 ml.
- 3 Frascos Winkler de 300 ml.
- 1 Perilla.

REACTIVOS

- Agua potable.
- Agua residual.
- Solución de Almidón 0.5%
- Solución de $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ al 40%
- Solución de Álcali-yoduro.
- Acido sulfúrico concentrado.
- Solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 N.

NOTA. Consultar las hojas de seguridad para reactivos, en el laboratorio.

PROCEDIMIENTO

Determinación de oxígeno mediante el método de Winkler:

1. Llenar los tres frascos de Winkler hasta el borde (cuidando de no generar turbulencia), dos con agua residual y otro con agua potable.
2. Tapar y dejar que se desborde, ladear para escurrir.
3. Retirar el tapón y agregar 2 ml. de sulfato de manganeso resbalando lentamente para evitar la introducción de aire.
4. Agregar 2 ml. de álcali-yoduro modificado con azida de sodio.
5. Agregar 2 ml. de H_2SO_4 concentrado y agitar la muestra. (Un tono café indica la presencia de oxígeno)

6. Titular 100 ml. de la muestra con una solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 N, usar como indicador unas gotas de almidón.

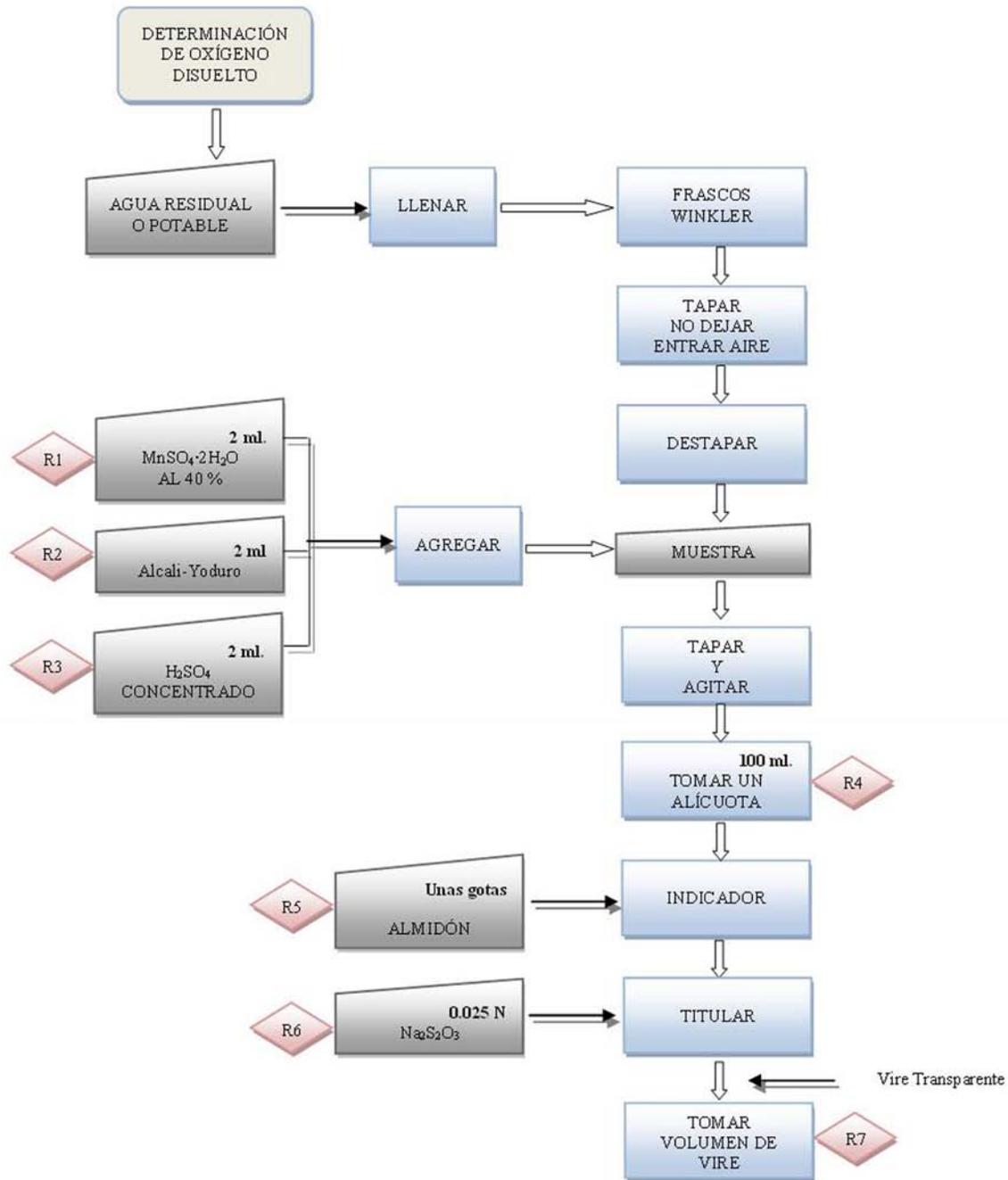
CÁLCULOS

$$\text{OD (mg O}_2\text{/L)} = \frac{\text{N (Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times \text{V(Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 8000}{\text{V(muestra)}}$$

REPORTE DE LA PRÁCTICA

1. Calcular la concentración de OD en mgO₂/L en muestras de agua y hacer un análisis de resultados.
2. ¿Qué importancia tiene la determinación de oxígeno disuelto?
3. ¿Para qué se agrega álcali-yoduro?
4. ¿Qué tipo de reacciones ocurren en la determinación de oxígeno disuelto? Describirlas.
5. ¿Qué otros métodos existen para determinar oxígeno-disuelto?
6. ¿Qué efecto tiene la temperatura sobre la cantidad de oxígeno disuelto?
7. ¿Qué efecto tiene la salinidad en la cantidad de oxígeno disuelto?

DETERMINACIÓN DE OXÍGENO DISUELTO



R1, R2, R3, R5 y R6 = Guardar los reactivos sobrantes en sus respectivos frascos etiquetados.

R4 y R7 = Guardar en frasco etiquetado para enviar a confinamiento.

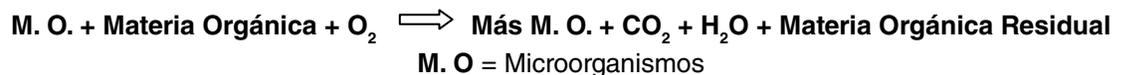
DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO

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.
- Comprender la importancia de la DBO como parámetro de control en procesos de tratamiento secundario.

INTRODUCCIÓN

La demanda bioquímica de oxígeno (DBO) se usa como una medida de la cantidad de oxígeno requerido para la oxidación de la materia orgánica biodegradable presente en una muestra de agua y como resultado de la acción de oxidación bioquímica aerobia. Las complejas reacciones que intervienen pueden resumirse en la siguiente forma:



El método consiste en llenar con muestra hasta rebosar los frascos Winkler e incubar. El oxígeno disuelto se mide antes y después de la incubación a la temperatura establecida durante 5 días. La DBO_5 se calcula mediante la diferencia entre el OD inicial y final. Las diluciones que dan lugar a un OD residual de al menos 2mg/l después de 5 días de incubación producen los resultados más fiables. La dilución se lleva a cabo con agua suplementada con todos los minerales inorgánicos para el crecimiento microbiano y regulada a un valor fisiológico de pH. Se suministra oxígeno saturando el agua de dilución con aire. Los microorganismos se incorporan inoculando el agua de dilución con el contaminante apropiado (casi siempre aguas negras, aguas negras tratadas, o en algunos casos microorganismos aclimatados al substrato de interés en particular).

En aguas superficiales, la descomposición de la materia orgánica tiende a usar oxígeno disuelto y formar bióxido de carbono. Esta demanda bioquímica de oxígeno, de acuerdo a como la define la American Public Health Association, es como sigue: “el oxígeno expresado en p.p.m. requerido durante la estabilización de materia orgánica capaz de descomponerse por acción bacteriana aeróbica”.

La demanda bioquímica del oxígeno es una prueba de gran valor en el análisis de los efluentes de aguas negras o muy contaminadas. En los procesos naturales de purificación de ríos y corrientes, 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.

CONCEPTOS A REVISAR

- 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

MATERIAL Y EQUIPO

- 3 Frascos de Winkler de 300 ml.
- 3 Pipetas volumétricas de volumen requerido para muestra.
- 1 Soporte universal con pinza y nuez.
- 1 Estufa.
- 1 Bureta de 50 ml.
- 1 Matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- 2 Pipetas graduadas de 2 ml.
- 1 Probeta de 100 ml.
- 1 Vaso de precipitados de 50 ml.

REACTIVOS

- Solución de $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ al 40%
- Solución de Almidón al 0.5%
- Solución Amortiguadora de fosfato de amonio de pH 7.2
- Solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 N.
- Solución de CaCl_2 al 2.75%
- Solución de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ al 2.25%
- Solución de FeCl_3 al 0.025%
- Acido sulfúrico concentrado
- Agua destilada

PROCEDIMIENTO

1. Hacer tres diluciones de la muestra en frascos de Winkler de acuerdo a la calidad del agua residual (OD).

TIPO DE AGUA	OXÍGENO DISUELTO	DILUCIÓN
Aguas industriales fuertes	O.D = 0	0.0 – 1 %
Aguas residuales depuradas y brutas	1 < O.D < 3	1 – 5 %
Efluente tratado biológicamente	3 < O.D < 5	5 – 25%
Aguas fluviales contaminadas	O.D > 7	25 – 100 %

2. Al frasco lleno hasta la mitad con agua de dilución (previamente preparada) se agrega con una pipeta la cantidad de muestra deseada.
3. Preparar una botella adicional con agua de dilución (blanco).
4. Llénese el frasco hasta el cuello con el agua de dilución.
5. Para sembrar, se mide el oxígeno disuelto del blanco.
6. Los frascos con las diluciones de la muestra y un blanco se meten a la estufa 20 °C durante cinco días, después del tiempo transcurrido se mide OD.

CÁLCULOS

(Muestra que reduce a 1/2 el O. D. del blanco de cinco días)

$$DBO_{5(mg/L)} = \frac{O.D_{INICIAL} - O.D_{FINAL}}{f}$$

RESULTADOS

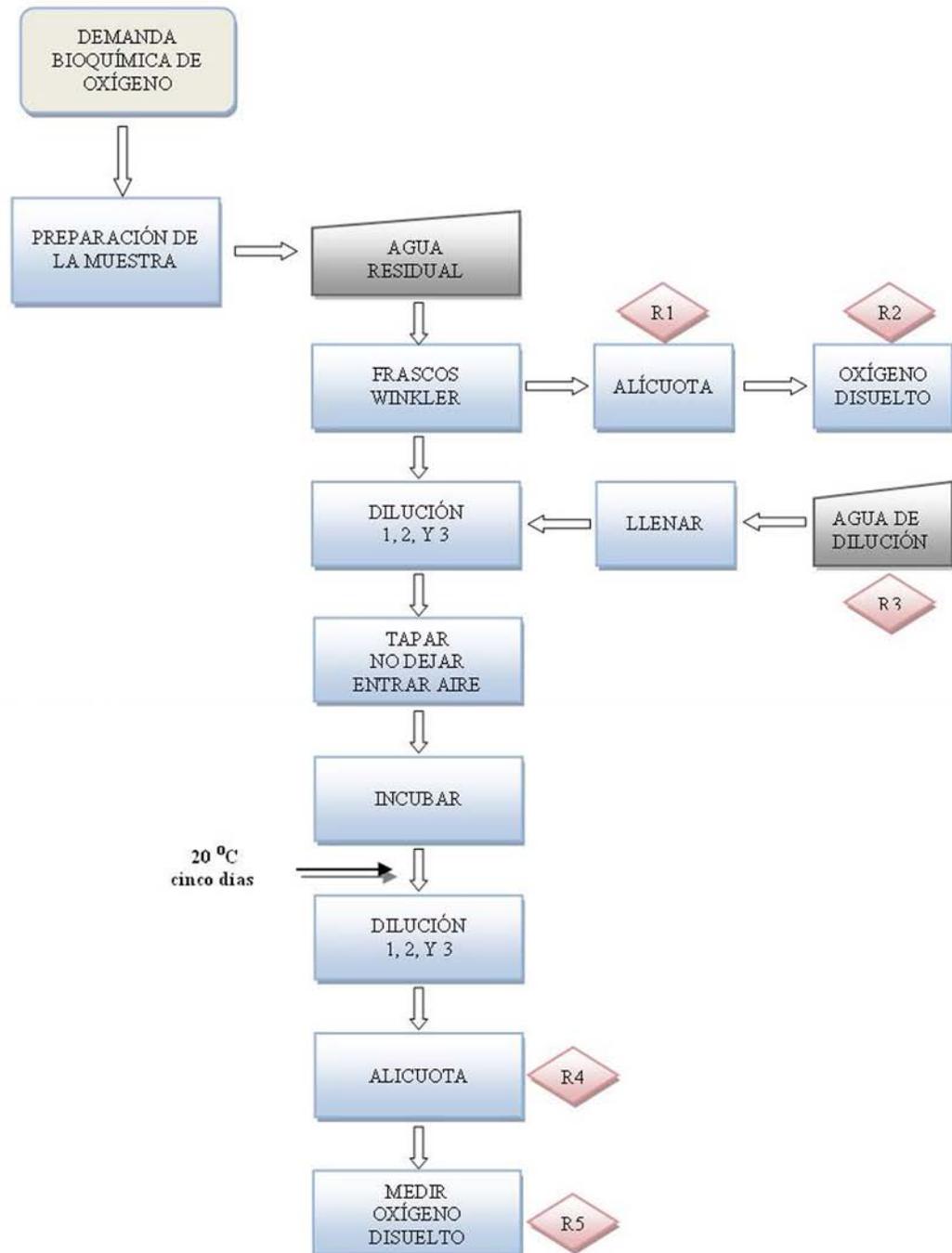
Anotar los resultados en forma de tabla como se muestra a continuación.

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

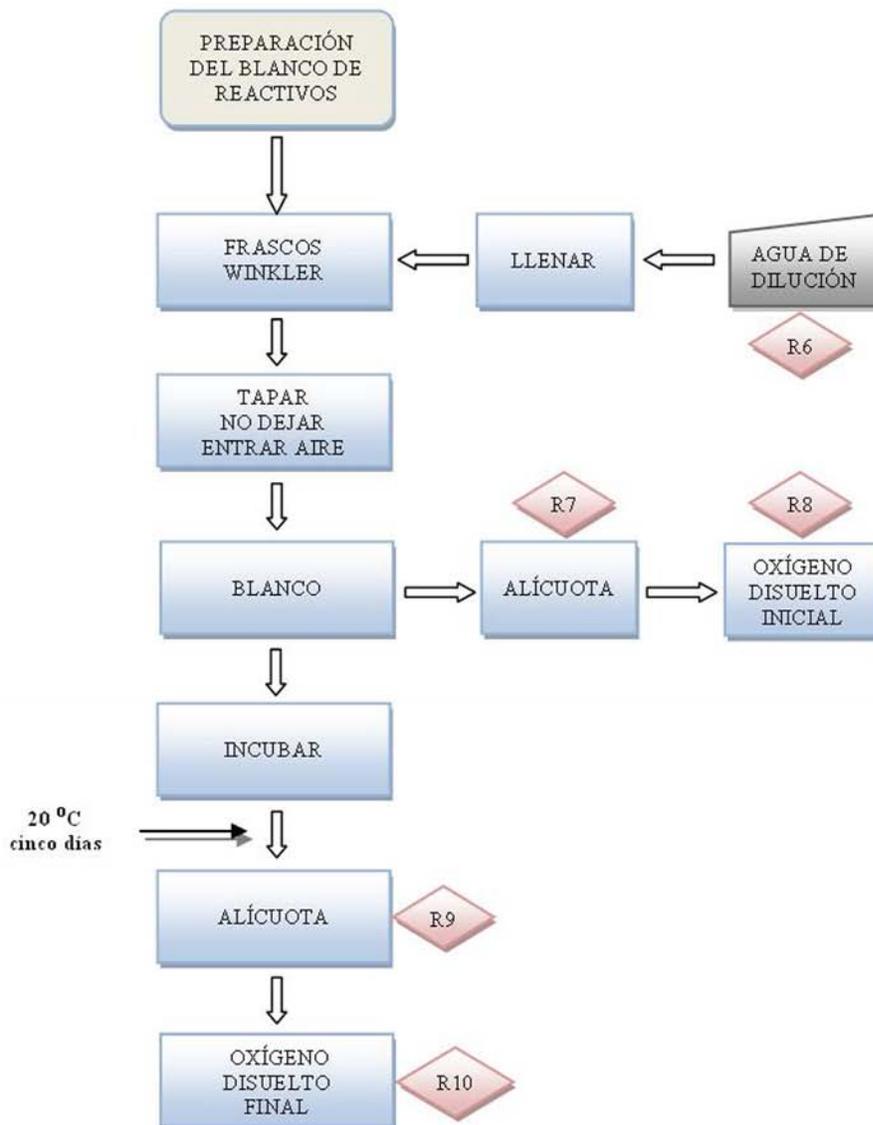
REPORTE DE LA PRÁCTICA

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 gran cantidad de N₂ orgánico, qué puede esperar en los 5 días?
4. ¿Qué otros métodos existen para determinar DBO? Explíquelos brevemente.
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?

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO



DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (BLANCO DE REACTIVOS)



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

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

DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO

OBJETIVOS

- Conocer el contenido de materiales en aguas residuales, susceptibles a ser oxidados químicamente, Demanda Química de Oxígeno (DQO) por el método de Reflujo Cerrado.
- Analizar la relación entre la DBO y la DQO para establecer la naturaleza de los contaminantes orgánicos existentes en el agua.

INTRODUCCIÓN

Tanto la actividad natural como la humana contribuyen a la contaminación orgánica de aguas naturales. De la actividad agrícola resultan residuos de herbicidas y pesticidas; la concentración de estos compuestos orgánicos en el agua no es constante sino variable por múltiples causas y obliga a ajustes permanentes en las plantas de tratamiento. El uso de tratamientos biológicos, para la eliminación de la materia orgánica, implica el uso de parámetros menos específicos que aquellos que miden radicales químicos y que sin embargo permiten el control de las unidades de tratamiento.

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.

Esta prueba está basada en la oxidación en condiciones químicas severas en donde el oxidante utilizado (ión dicromato $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$), para oxidar la materia orgánica en la muestra, se expresa como equivalente de oxígeno.

Así por cada m.e.q. de $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} = 8 \text{ mg de O}_2$

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

CONCEPTOS A REVISAR

- Parámetros globales de medición de materia orgánica (DQO, DBO₅, etc.).
- Reacciones químicas principales que se llevan a cabo en la determinación de DQO.
- Sustancias orgánicas biodegradables y no biodegradables.
- Principales interferencias que pueden presentar en la práctica.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Tubo de digestión de borosilicato de 10 ml. con tapones de rosca
 1 Pipeta de émbolo de 1-5 ml.
 1 Soporte para tubos de digestión
 1 Termorreactor
 1 Espectrofotómetro
 2 Celdas
 Puntas y émbolos

REACTIVOS

Solución catalítica de H₂SO₄ concentrado.
 Solución de digestión de K₂Cr₂O₇ 0.035 M.
 Agua destilada.
 Agua residual.

NOTA. Consultar las hojas de seguridad para reactivos, en el laboratorio.

FUNDAMENTO

Las sustancias orgánicas e inorgánicas presentes en la muestra, se oxidan con una solución sulfúrica caliente de dicromato potásico (K₂Cr₂O₇) y sulfato de plata (AgSO₄) como catalizador. Los cloruros son enmascarados con sulfato de mercurio (HgSO₄). A continuación se determina fotométricamente la concentración de los iones Cr₂O₇⁻² amarillos no consumidos o los iones Cr⁺³ verdes.

PROCEDIMIENTO

Método de Reflujo Cerrado

1. En un tubo de digestión (exento de impurezas) poner 1.5 ml. de muestra problema (previamente homogeneizada). Preparar un blanco de reactivos con agua destilada.

2. Agregar 2 ml. de solución de digestión y verter cuidadosamente por la pared interna del tubo inclinado 3 ml. de solución catalítica. Cerrar y apretar bien el tapón de los tubos.
3. Mézclase por completo invirtiendo varias veces los tubos de digestión, antes de aplicar calor para evitar el calentamiento local del fondo del tubo y una posible reacción explosiva.
4. Digerir por 1 1/2 hrs. en un termorreactor, precalentado a 150 °C.
5. Sacar los tubos del termorreactor y colocarlos en el soporte para tubos de digestión para que se enfríen. Al cabo de 10 min. agitar la cubeta por balanceo para enfriar a temperatura ambiente (tiempo de enfriamiento mínimo 30 min).
6. Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 604 nm.

CÁLCULOS

Realizar la gráfica:

$$Y = mx + b$$

$$A = mC + b$$

CURVA DE DQO	
ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN mg/ L
0.006	50
0.017	80
0.024	120
0.029	150
0.037	190
0.044	250
0.068	330
0.094	500
0.19	1000

RESULTADOS

1. Obtener la gráfica de la curva tipo graficando A vs concentración de O₂ en mg/L

2. Con los datos de cada muestra. Calcular la DQO en miligramos por litro (mg/L) directamente con la ecuación:

$$A = mC + b$$

Donde

A = absorbancia leída a 604 nm
 m = pendiente de la curva tipo
 C = concentración
 b = ordenada al origen

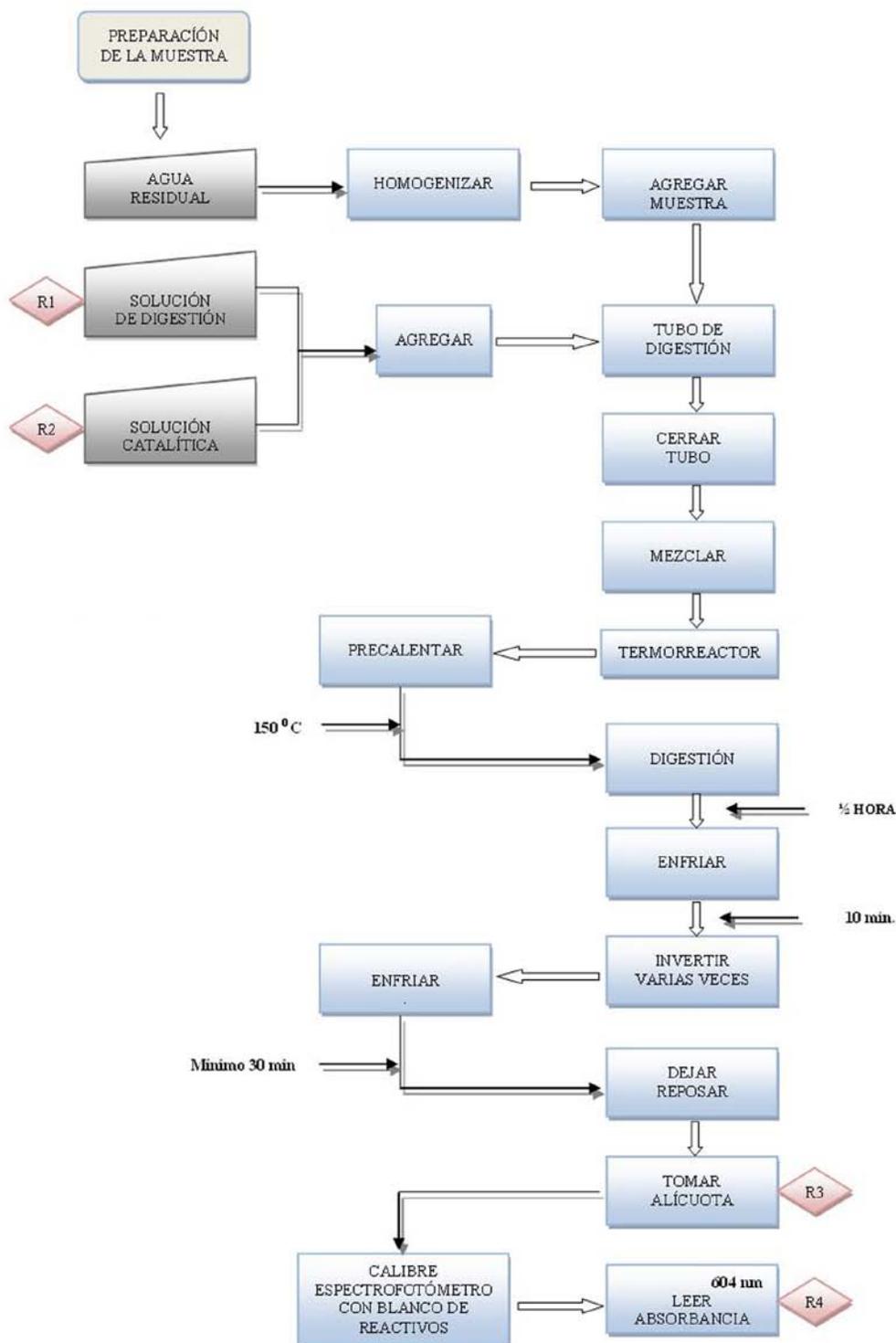
3. Reportar los resultados en mg O₂/L y comparar con la norma correspondiente.

MUESTRA	DQO mgO ₂ /L (experimental)	DQO mgO ₂ /L (reportado en la norma)

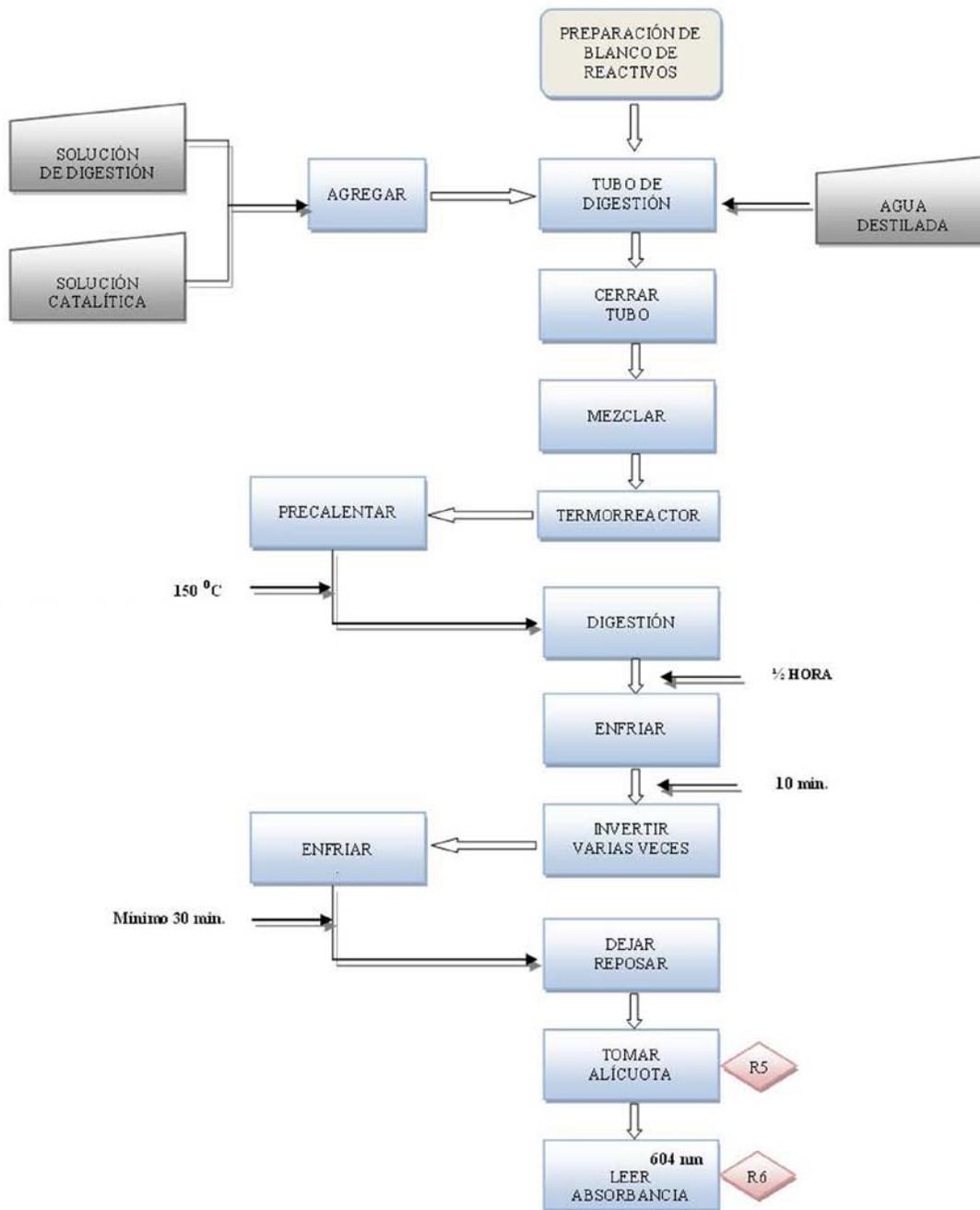
REPORTE DE LA PRÁCTICA

- ¿Qué finalidad tiene determinar la DQO en las muestras de agua.
- Calcular la relación DBO₅/DQO e indicar la naturaleza de los contaminantes, si son orgánicos no biodegradables u orgánicos biodegradables.
- ¿Cuál es el agente reductor y oxidante en DQO?
- Explica la interferencia del cloro.
- ¿Cuáles son los productos inorgánicos finales de la oxidación?
- ¿Por qué se hace un refluo de la muestra?
- Explica la importancia de cada reactivo.
- ¿Podría considerarse esta determinación indirecta? Explica.

DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (BLANCO DE REACTIVOS)



R1, R2 = Guardar los reactivos sobrantes en sus respectivos frascos etiquetados.

R3, R4, R5, y R6 = Guardar en frascos etiquetados para su confinamiento.

ACEITES Y GRASAS EN AGUA

OBJETIVOS

- Determinar el contenido de aceites y grasas para una muestra de agua residual, por el método de partición-gravimetría.
- Analizar la importancia del contenido de grasas y aceites en una muestra de agua residual y evaluar mediante criterios de calidad.

INTRODUCCIÓN

Las grasas y aceites que son arrojadas a las aguas residuales o los efluentes tratados pueden crear películas en la superficie y depósitos de borde de playa que llevan a la degradación del ambiente.

Es útil conocer la concentración de grasas y aceites contenida en las aguas contaminadas, para decidir el tipo de diseño de sistemas de tratamiento, ya que si se presentan en cantidades excesivas, pueden interferir con los procesos biológicos aerobios y anaerobios reduciendo la eficiencia del tratamiento de las aguas residuales.

En la determinación de aceites y grasas no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica, más bien se determinan cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad común en un disolvente orgánico dado.

Aceite y grasa es cualquier material recuperado como sustancia soluble en un disolvente orgánico polar, incluyendo a otros materiales extraídos por el disolvente de una muestra acidificada (tales como los compuestos de azufre, ciertos tintes orgánicos y la clorofila) y no volatilizados durante la prueba. Es importante que esta limitación se entienda con toda claridad. A diferencia de algunos grupos de compuestos concretos, los aceites y las grasas se definen por el método utilizado para su determinación.

CONCEPTOS A REVISAR

- Estructura de grasas y aceites.

- Identificar principales características que distinguen las grasas de los aceites.
- Métodos de separación de grasas y aceites.
- Tipos de aguas que pueden contener aceites y grasas.

MATERIAL Y EQUIPO

1 Embudo de separación.
1 Parrilla eléctrica.
1 Triángulo de porcelana.
1 Embudo.
1 Vaso de precipitado de 500 ml.
1 Propipeta.
1 Pipeta graduada de 10 ml.
1 Probeta graduada de 100 ml.
1 Vaso de precipitado de 100 ml.
Estufa
Desecador

SOLUCIONES Y REACTIVOS

Ácido clorhídrico 1+1
Triclorotrifluoroetano o hexano.
 Na_2SO_4 , cristal anhidro.
Agua residual
Agua destilada

PROCEDIMIENTO

1. Poner a peso constante un vaso de precipitado de 100 ml. (W1).
2. Acidificar a pH 2, mediante 1 ml. de HCL, 250 ml. de agua residual. Pasarla a un embudo de separación.
3. Aclárese con cuidado el recipiente que contenía la muestra con 20 ml. de triclorotrifluoroetano (disolvente).
4. Añádase al embudo de separación, la muestra acidificada y los 20 ml. del disolvente (primer lavado). Agitar vigorosamente durante 2 min., hasta que se presenten dos fases (orgánica e inorgánica).
5. Separar las fases del embudo, sacando en primera instancia la fase inorgánica y posteriormente la orgánica que se ha de ir colectando en

- el vaso de precipitado sometido previamente a peso constante (W_1).
6. En caso de que la fase orgánica presente turbidez se ha de filtrar con papel filtro que contendrá unos gramos de Na_2SO_4 .
 7. Introducir nuevamente la fase inorgánica al embudo de separación y adicionar un volumen de 20 ml. de disolvente (segundo lavado); agitar y separar las fases según se indica en los pasos 4 y 5.
 8. Realizar un último lavado agregando 20 ml. más de disolvente (tercer lavado).
 9. La fase orgánica (la que se acumuló a lo largo de los tres lavados), que contiene básicamente aceite más disolvente, ha de someterse a evaporación en una parrilla, dentro de la campana de extracción hasta que se evapore el disolvente y quede un residuo.
 10. Introducir al desecador durante $\frac{1}{2}$ hora y pesar (W_2).
 11. El cambio de peso registrado en el vaso en que se colectó la fase orgánica y que después se sometió a evaporación y desecación; menos su peso en un inicio (sometido a peso constante), representa el contenido de grasas y aceites contenidos en un volumen de 250 ml. de agua (volumen de la muestra).

CÁLCULOS

$$[\text{grasas y aceites}] \text{mg/L} = \frac{W_2 - W_1 \times 1000}{\text{Vol. (muestra)}}$$

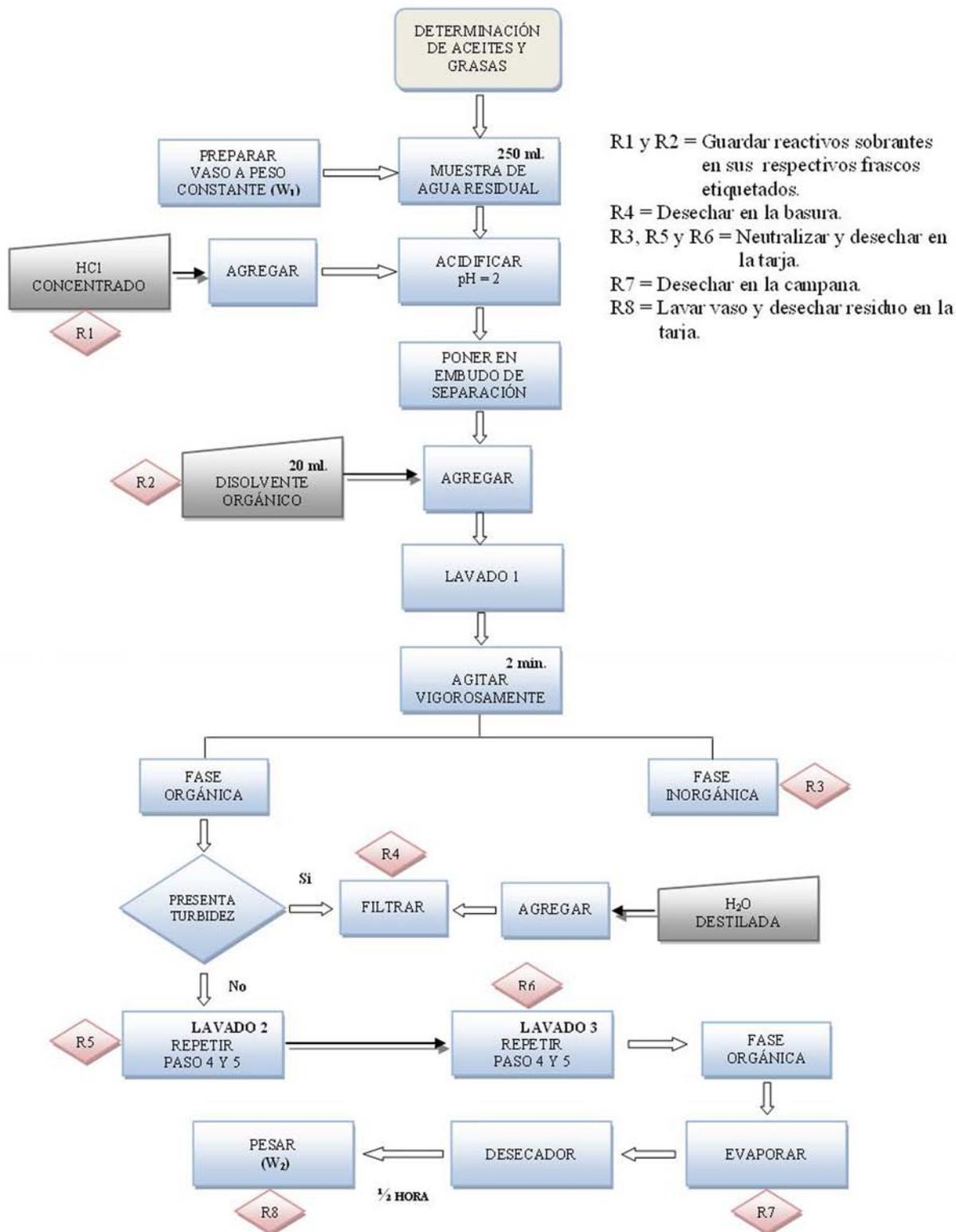
W1 = Peso inicial del vaso de Precipitado (Sometido a peso constante).

W2 = Peso del vaso de Precipitado (Después de haber evaporado la fase orgánica).

REPORTE DE LA PRÁCTICA

1. Reportar el contenido en mg/L de grasas y aceites y evaluar calidad.
2. ¿Cuál es la importancia de la determinación de grasas y aceites en agua?
3. ¿Cuáles otros métodos existen para determinar grasas y aceites?
4. ¿Con este método se pueden determinar fracciones de bajo punto de ebullición?
5. ¿Qué papel juega el Na_2SO_4 ?
6. ¿Para qué se acidifica la muestra?
7. Si no se puede analizar inmediatamente la muestra, ¿es confiable un posterior análisis?

DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS



CLORURO Y CLORO RESIDUAL

OBJETIVOS

- Determinar los cloruros (Cl^-), como uno de los aniones inorgánicos principales en agua potable y residual, mediante argentometría.
- Analizar la importancia del contenido de cloruros en muestras de agua y evaluar mediante criterios de calidad.
- Determinar cloro en forma activa (Cl_2 , HOCl y OCl^-) o cloro residual en agua potable y residual, mediante el método lodométrico.

INTRODUCCIÓN

Los cloruros son una de las sales que están presentes en mayor cantidad en todas las fuentes de abastecimiento de agua y de drenaje. El sabor salado del agua, producido por los cloruros, es variable y dependiente de la composición química del agua; cuando el cloruro está en forma de cloruro de sodio, el sabor salado es detectable a una concentración de 250 p.p.m. de NaCl . Cuando el cloruro está presente como una sal de calcio o de magnesio, el típico sabor salado de los cloruros puede estar ausente, aún en concentraciones de 1000 p.p.m. El cloruro es esencial en la dieta y pasa a través del sistema digestivo, inalterado.

Los cloruros son aniones que generalmente se encuentran contenidos en aguas naturales. La magnitud de su concentración es muy variable. Los cloruros son muy fácilmente solubles, no participan en los procesos biológicos, no desempeñan ningún papel en los fenómenos de descomposición y no sufren modificaciones.

Cuando se comprueba que hay un incremento del porcentaje de cloruros, hay que pensar que hay contaminación de origen humano.

Un alto contenido de cloruros en el agua para uso industrial, puede causar la corrosión en las tuberías metálicas y en las estructuras. La máxima concentración permisible de cloruros en el agua potable es de 250 p.p.m., este valor se estableció más por razones de sabor, que por razones sanitarias.

La cloración del agua se utiliza primordialmente para destruir o inactivar microorganismos que producen enfermedades. Un beneficio secundario es el mejoramiento global en la calidad de agua, resultado de la reacción de cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y algunas sustancias orgánicas.

La aplicación de cloro puede producir en un abastecimiento de agua efectos adversos en las características de ésta. La presencia de fenoles o compuestos que contengan grupos fenólicos ocasiona la producción de clorofenoles, que dan sabores muy desagradables al agua a muy pequeñas concentraciones.

La acción desinfectante del cloro se consigue mediante adición en exceso, de forma que permita satisfacer la demanda de cloro del agua y dejar cloro residual libre. En aguas potables es necesario mantener un cierto nivel (0.5 – 2.0 mg/l.) de cloro residual posterior al tratamiento, para mantener el efecto desinfectante en las mismas hasta el punto de distribución.

$$\text{DOSIS DE CLORO} = \text{Demanda de cloro} + \text{Cloro libre residual}$$

Demanda de cloro de un agua: cantidad de cloro que reacciona con las sustancias presentes en un agua, susceptibles de ser cloradas u oxidadas.

Cloro libre residual: es la cantidad de cloro en forma activa (cloro molecular, ácido hipocloroso e hipoclorito) que permanece en el agua, tras reaccionar con las sustancias susceptibles de demanda de cloro.

Cloro combinado residual: cantidad de cloro combinado químicamente con el amoníaco (cloraminas) y con compuestos aminados orgánicos (cloraminas orgánicas).

CONCEPTOS A REVISAR

- Principales especies cloradas que se pueden encontrar en diferentes tipos de aguas.
- Principales equilibrios químicos de especies cloradas en agua.
- Fundamento de la determinación de cloruros por el Método de Mohr.
- Propiedades oxidantes y desinfectantes del cloro.
- Interferencias que pueden presentarse en la práctica.

MATERIAL Y EQUIPO

- 3 Matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- 2 Matraz Erlenmeyer de 300 ml.
- 1 Bureta de 25 ml.
- 1 Probeta de 250 ml.
- 1 Vaso de precipitados de 50 ml.

- 1 Pipeta graduada de 1 ml.
- 1 Pipeta graduada de 5 ml.
- 1 Piseta.
- 1 Gotero.
- 1 Soporte con pinzas y nuez para bureta.
- 1 Espátula
- 1 Agitador de vidrio

SOLUCIONES Y REACTIVOS

- Solución de NaOH 0.1 N.
- Solución de Iodo 0.0282 N.
- Solución de Ag NO₃ 0.0141 N.
- Indicador de K₂CrO₄ al 10%.
- Solución de Na₂S₂O₃ 0.01 N.
- Ácido acético glacial concentrado.
- Solución indicadora de almidón.
- KI, cristales.
- Agua destilada.
- Agua potable.
- Agua residual.

NOTA. Consultar las hojas de seguridad para reactivos, en el laboratorio.

PROCEDIMIENTO

1. Cloruros

- 1.1. Colocar 50 ml de muestras de agua potable, agua residual y un blanco, por separado en matraces Erlenmeyer de 125 ml. (para cada muestra hacerlo por duplicado).
- 1.2. Nota: Si la muestra presenta color añadir 1.5 ml. de suspensión Al(OH)₃ al 12.5%, mezclar, sedimentar y filtrar.
- 1.3. Revisar el pH que se encuentre entre 8-10. De no ser así, ajustar con solución de NaOH 0.1N. gota a gota.
- 1.4. Agregar 0.5 ml. o 4 gotas de K₂CrO₄ al 10%.
- 1.5. Titular con una solución de AgNO₃ 0.0141 N., hasta vire de amarillo a naranja (ladrillo). El gasto del blanco es de 0.2-0.3 ml.

2. Cloro residual

- 2.1. En un matraz Erlenmeyer de 300 ml., poner 2.5 ml. de ácido acético glacial. Agregar aproximadamente 0.5 g. de cristales de KI.
- 2.2. Verter 250 ml. de muestra de agua potable o residual (libre de color y turbidez). Mezclar.

- 2.3. Revisar pH de la solución, debe estar entre 3 y 4.
- 2.4. Preparar un blanco con agua destilada.
- 2.5. Titular con una solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 N., (evitar la luz directa) hasta desaparecer el color amarillo.
- 2.6. Agregar el almidón que dará coloración azul. Si no aparece color azul, titular con solución de yodo 0.0282 N., hasta que se presente el color azul.
- 2.7. Titular con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 N. hasta desaparecer el color. Registrar la diferencia si se utilizó solución de yodo.

CÁLCULOS

Cloruros	$\text{mgCl}^- / l = \frac{(A - B) \times N \times 35,450}{ml_{muestra}}$
Cloro residual	$\text{mgCl}_2 / l = \frac{(A \pm B) \times N \times 35,450}{ml_{muestra}}$

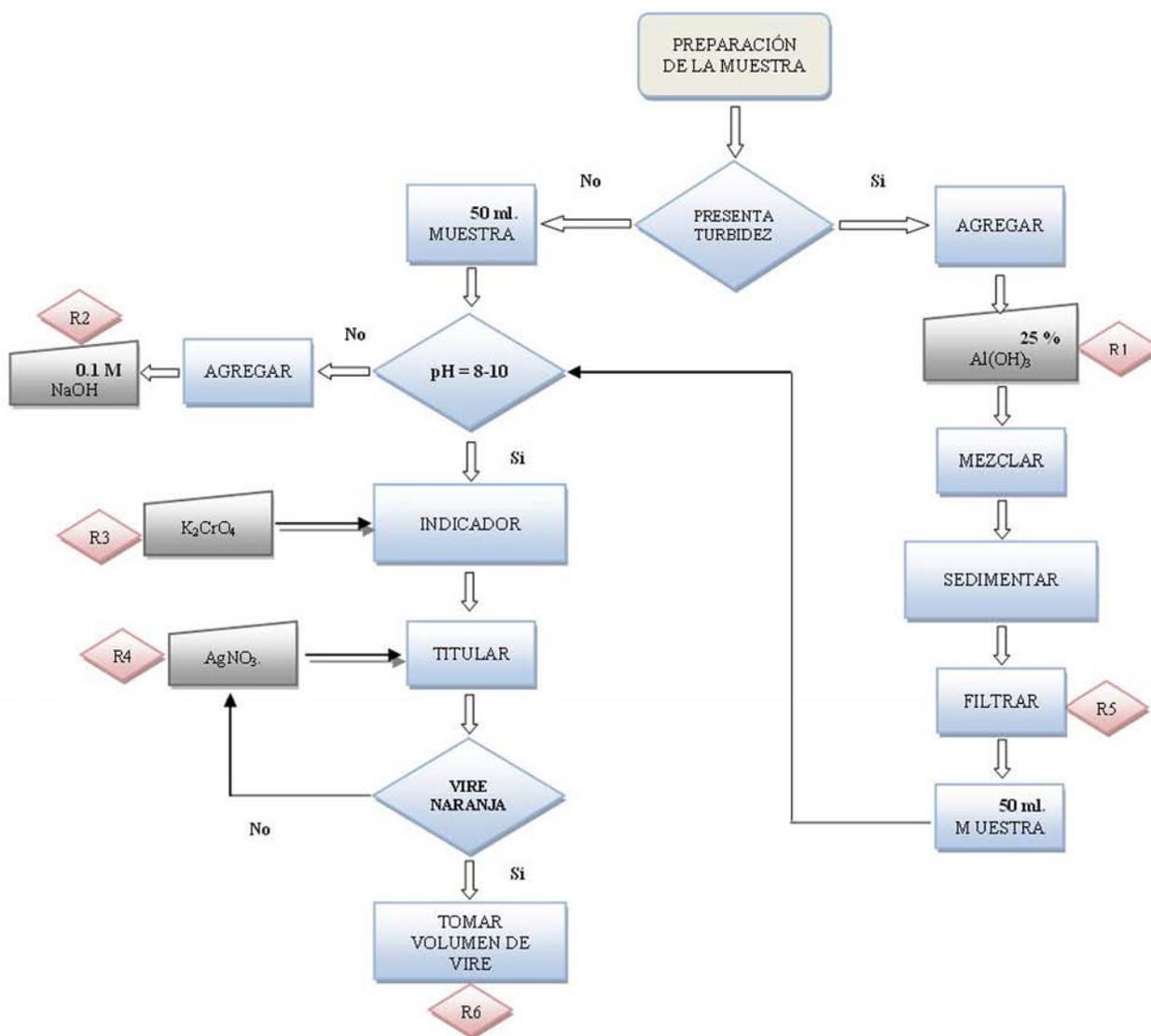
Donde:

- Vol. de A** = ml. Gastados de AgNO_3 o $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ para la muestra.
Vol. de B = ml. Gastados de AgNO_3 o $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ para el blanco.
N = normalidad de AgNO_3 o $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

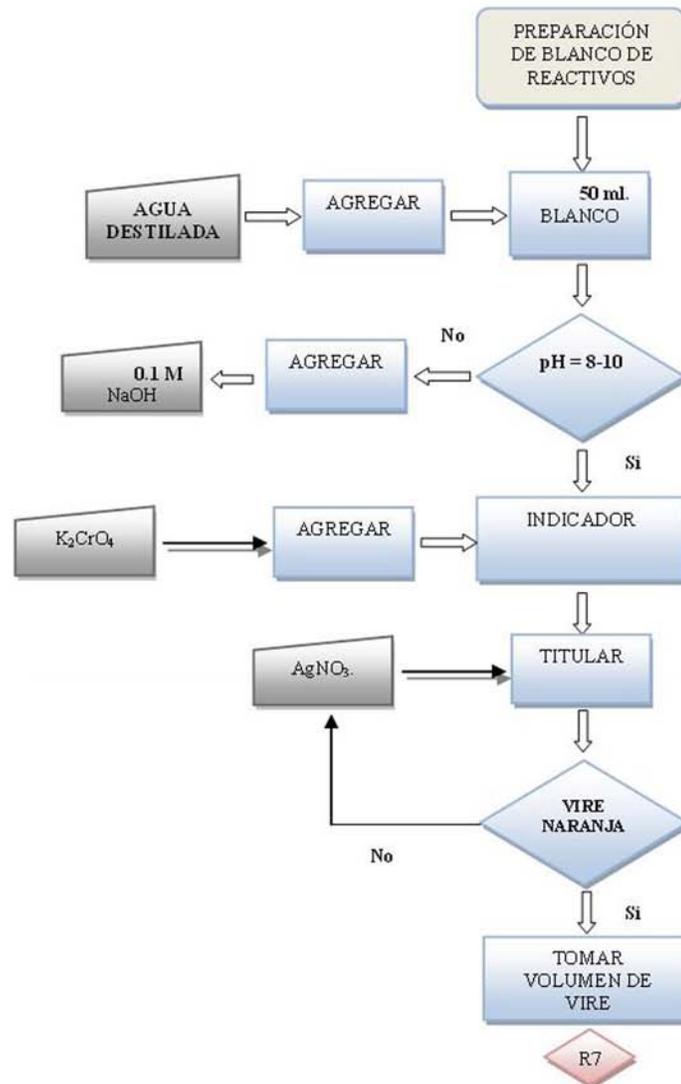
REPORTE DE LA PRÁCTICA

1. Calcular mg/l de Cl^- y Cloro residual en agua potable y agua residual, realizar análisis de resultados.
2. ¿Qué importancia tiene la determinación de cloruros?
3. Explica la importancia de ajustar el pH en las dos determinaciones.
4. ¿Qué factores influyen para determinar la dosis de cloro para la desinfección del agua?
5. ¿Cómo puede evaluarse la eficiencia de una desinfección?

DETERMINACIÓN DE CLORUROS



DETERMINACIÓN DE CLORUROS (BLANCO DE REACTIVOS)

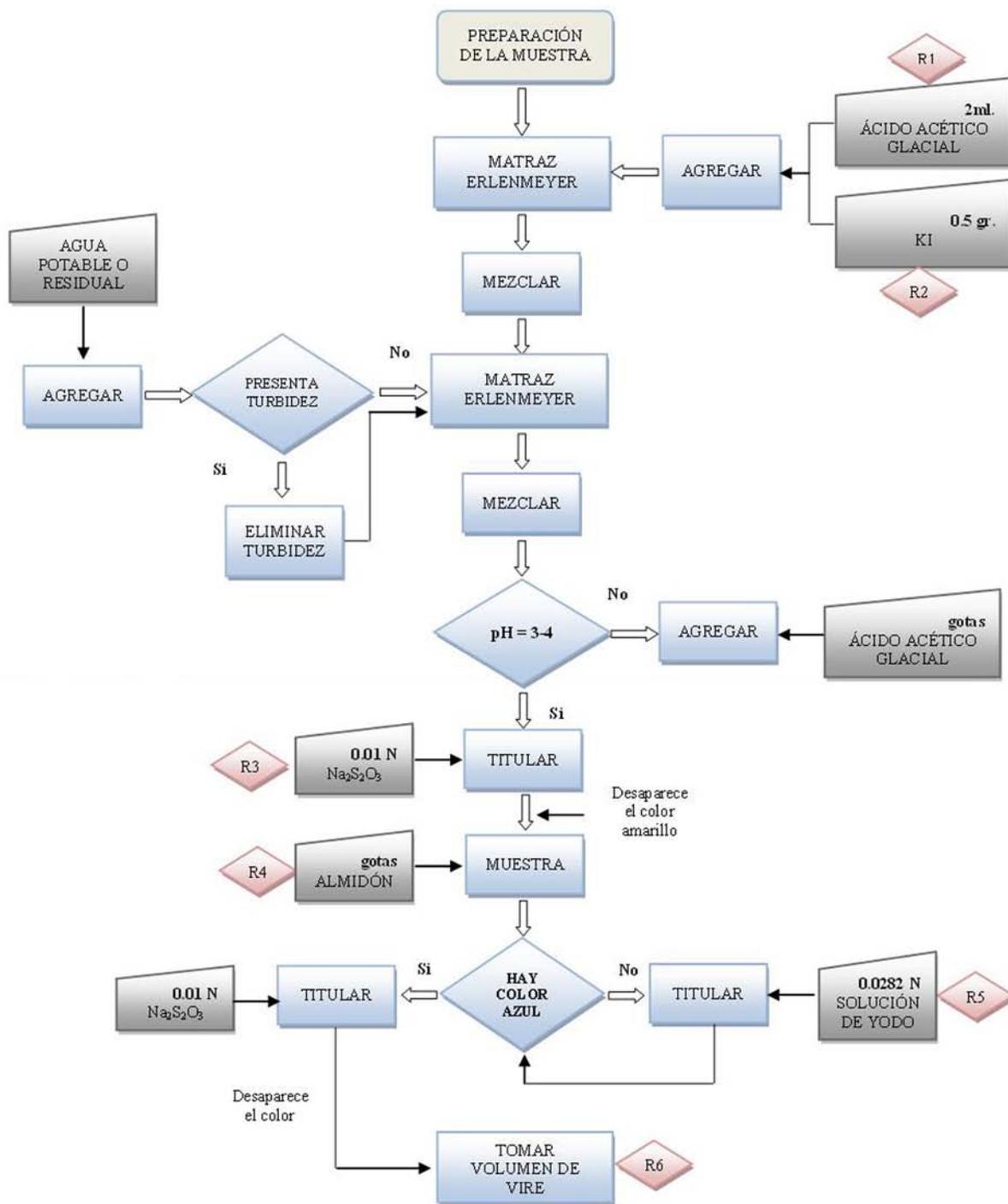


R1, R2, R3 y R4 = Guardar reactivos sobrantes en sus respectivos frascos etiquetados.

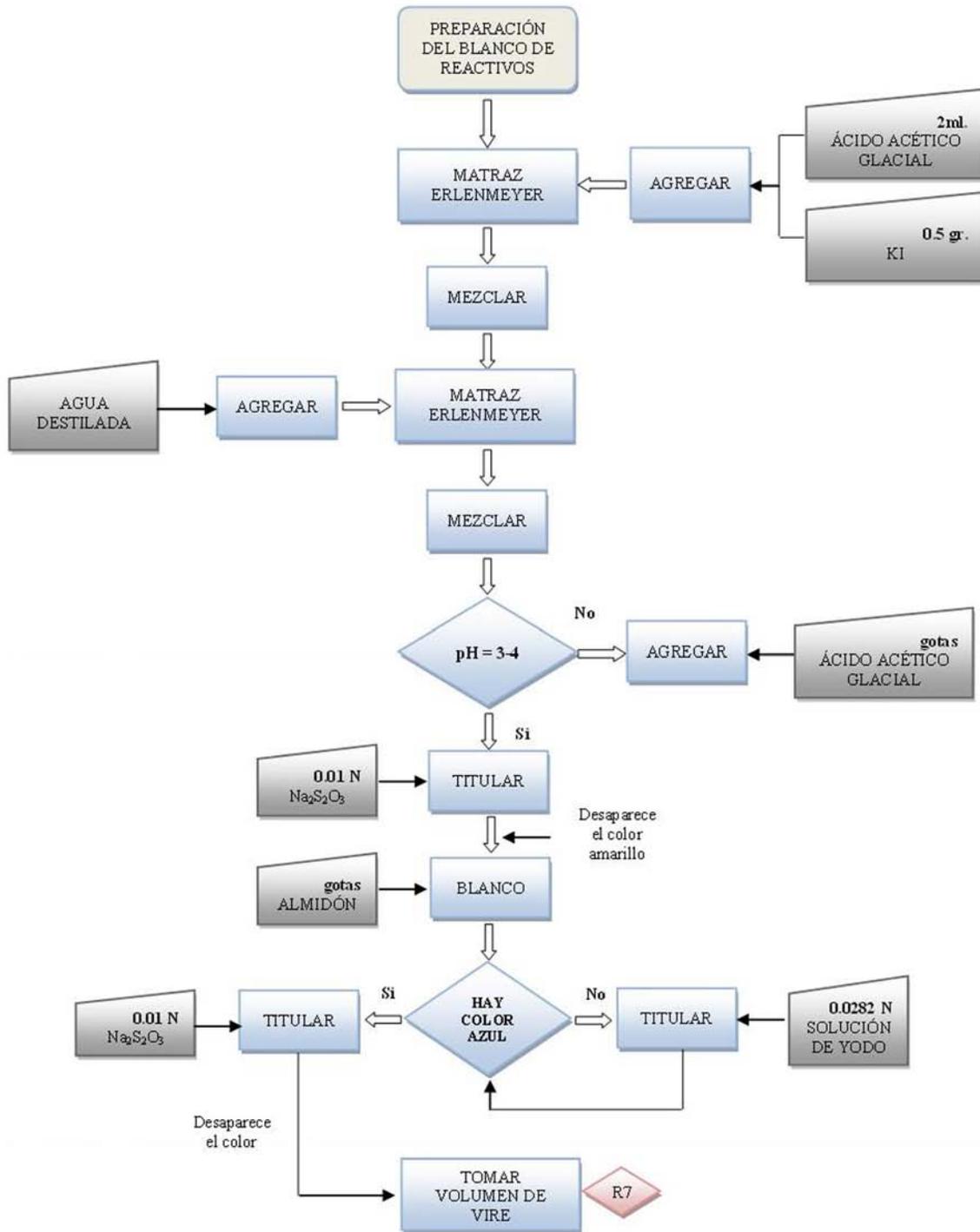
R5 = Desechar en la basura.

R6 y R7 = Guardar en frascos etiquetados para su confinamiento.

DETERMINACIÓN DE CLORO RESIDUAL



DETERMINACIÓN DE CLORO RESIDUAL (BLANCO DE REACTIVOS)



R1, R2, R3, R4 Y R5 = Guardar en sus respectivos frascos etiquetados.

R6 y R7 = Neutralizar y desechar en la tarja.

BIBLIOGRAFÍA

1. American Society for Testing and Materials (1994). *Determinación de Sílice Soluble en Agua*. Annual Book of Standards. E.U.A. Método ASTM D859/88.
2. APHA; AWWA; WPCF. (1992). *Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales*. 17ª. Ed. Díaz de Santos. España.
3. Cromer Alan H. (1998) *Física en la ciencia y en la industria*. Reverte.
4. Fair Maskew Gordon. (1999). *Purificación de aguas, tratamiento y remoción de aguas residuales*. 4a ed.: Vol II. Limusa. México.
5. Greeberg A.; et.al. (1985) *Standard methods for the water and wastewater*, 16a ed. American Public Health Association, E.U.A.
6. Jenkins David. (1993). *Química del agua: Manual de laboratorio*, Noriega Editores.
7. Lapeña Rigola Miguel. (1999). *Tratamiento de aguas industriales*. Alfaomega México.
8. Nordell Eskel. (1961). *Tratamiento de aguas para la industria y otros usos*. Compañía Editorial, S.A. México.
9. Orozco Carmen B. (2003). *Contaminación ambiental una visión química*. Thompson. España.
10. Ramalho, R. S. (2003). *Tratamiento de aguas residuales*. Reverté. México.
11. Romero Rojas, J. (2000). *Calidad del agua*. 2ª ed. Ed. Alfaomega. México.
12. Romero Rojas, J. *Tratamiento de aguas residuales por lagunas de estabilización*. 3ª. Ed. Alfaomega. México.
13. Shepparf T. Powell. (1970). *Acondicionamiento de aguas para la industria*. Limusa. México.
14. Skoog Douglas. (1994). *Análisis Instrumental*. McGraw Hill.
15. Spellman Frank R. (2000). *Manual del agua potable*. Acribia, España.

16. T.H.Y. Tebbutt (1999). *Fundamentos de control de la calidad del agua*. Limusa, S.A de C.V. México.
17. Vogel Arthur I. (1960). *Química analítica cuantitativa. Vol I*, Kapeluz, Argentina.
18. Weber J. Walter. (2003). *Control de la calidad del agua*. Reverté.
19. SGC-C-FESC, *Secretaría de Planeación Departamento de Planeación*. (2010).
20. Santos Elvira y Cruz Gavilán Irma. (1997). *Manual de procedimientos de seguridad en los laboratorios de la UNAM*. México.

REGLAMENTO INTERNO PARA LOS LABORATORIOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA INORGÁNICA DE LA FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

ARTÍCULO 1o. El presente Reglamento es aplicable para los laboratorios donde se realiza trabajo experimental, sea de docencia o de investigación, así como en áreas anexas pertenecientes a la Sección de Química Inorgánica de la Facultad. Su observancia es obligatoria para el personal académico, alumnos y trabajadores administrativos y no excluye otra reglamentación que resulte aplicable.

ARTÍCULO 2o. En todos los laboratorios de docencia será responsable de seguridad e higiene el profesor de enseñanza experimental durante el tiempo que dure la sesión, quien vigilará que el presente Reglamento se cumpla. En los casos de los laboratorios de investigación y/o en los tiempos en que se realice actividades de tesis, servicio social, etc., el académico designado como responsable del laboratorio o en su ausencia el responsable del proyecto realizará las funciones de supervisión mencionadas.

ARTÍCULO 3o. Para trabajar en los laboratorios es obligatorio que los estudiantes usen bata de algodón, cerrada, cabello recogido y, en caso necesario, guantes y gafas de seguridad. En el caso del personal académico y administrativo, el equipo de protección personal lo dictaminará la Comisión de Seguridad e Higiene de la FESC. Este equipo será de uso obligatorio. El alumno que no tenga protección no podrá permanecer en el laboratorio; será su responsabilidad contar con el equipo mencionado. Asimismo, no podrá trabajar ni permanecer dentro de los laboratorios; si no se encuentra su profesor o alguien responsable que lo sustituya.

ARTÍCULO 4o. En los laboratorios queda prohibido: fumar, introducir y consumir alimentos o bebidas; la entrada al laboratorio en estado inconveniente bajo el efecto de bebidas alcohólicas, drogas y/o estupefacientes, así como el uso de lentes de contacto zapatos abiertos (sandalia), gorras, bufandas y medias de nylon.

ARTÍCULO 5o. Los alumnos que soliciten material se hará por medio del formato de "Solicitud de préstamo de material", con tres días de anticipación, dejando como garantía su credencial oficial vigente que lo acredite como alumno de la facultad; en dicho vale deberá especificar claramente la cantidad de material, reactivo y equipo; así como asentar con claridad y veracidad sus datos personales, mismos que podrán corroborarse con los de su expediente en Servicios Escolares. En caso de no cumplir con este requisito no se les prestará material. El material roto y dañado será repuesto al laboratorio, acompañado con nota de compra con datos y logotipo del distribuidor.

ARTÍCULO 6o. Durante el desarrollo del trabajo experimental, el alumno (usuario) deberá colocar sus útiles (pertenencias) en el lugar designado para tales fines.

ARTÍCULO 7o. Queda estrictamente prohibido tocar, oler o probar cualquier sustancia, sobre todo si se desconoce su procedencia y sus características.

ARTÍCULO 8o. Cualquier muestra o solución que se guarde en los refrigeradores o anaqueles deberá estar bien envasada y etiquetada, indicando tipo de muestra, concentración, fecha de realización y nombre del proyecto o de la asignatura que la requerirá. No se permite guardar alimentos y/o bebidas en los mismos.

ARTÍCULO 9o. Las gavetas de los laboratorios serán utilizadas exclusivamente para almacenar todo lo relacionado con el trabajo experimental, mismas que serán desocupadas al término del curso experimental.

ARTÍCULO 10o. La preparación de reactivos y soluciones deberán realizarse siempre dentro de la campana de extracción.

ARTÍCULO 11o. Queda prohibido sacar material, reactivos y equipo de los laboratorios sin autorización.

ARTÍCULO 12o. El trabajo con sustancias tóxicas, volátiles o inflamables deberá hacerse dentro de la campana de extracción. Estas sustancias deberán almacenarse en áreas específicas y perfectamente señaladas.

ARTÍCULO 13o. El profesor responsable del grupo de laboratorio asesorará al alumno en el manejo y tratamiento correcto de residuos generados en cada una de las prácticas o proyectos.

ARTÍCULO 14o. No se permite la presencia de personas no autorizadas en los laboratorios de docencia e investigación, así como en las áreas anexas. En los casos de trabajo de investigación y/o en los tiempos en que se realicen actividades de tesis, servicio social, etc., se efectuarán en horarios que no sean de docencia experimental.

ARTÍCULO 15o. El retardo máximo admisible será de 15 min para el alumno; transcurrido este tiempo se le suspenderá la práctica o trabajo de laboratorio.

ARTÍCULO 16o. Este reglamento se dará a conocer a todos los alumnos al inicio del semestre electivo y se recabarán sus firmas de enterados. Asimismo deberá estar en un lugar visible en el laboratorio.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS

“POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU”

CUAUTITLÁN IZCALLI
12 DE ABRIL DE 2012

Tratamiento de aguas (Manual de laboratorio)

Este manual atiende a las preocupaciones sobre el bienestar del medio ambiente que es transformado constantemente por la participación del hombre, produciendo grandes cantidades de contaminantes. Proporciona al alumno el conocimiento necesario para entender correctamente las perturbaciones que la contaminación ocasiona en uno u otro medio, desde el punto de vista químico, con el fin de generar estrategias para abordar problemas que de este fenómeno se generan y dar un tipo de solución técnica.

