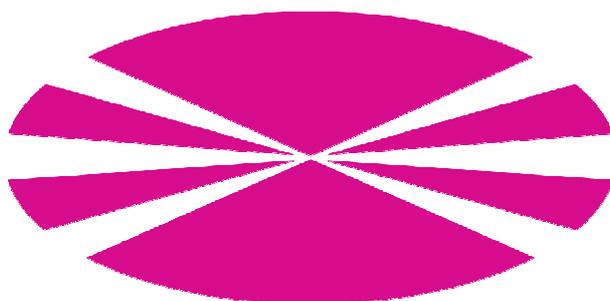


Máster en Ciencias, Tecnologías y Gestión Ambiental

TRABAJO FIN DE MÁSTER, SEPTIEMBRE 2014



UNIVERSIDADE DA CORUÑA

Experiencia profesional en Tecnoambiente, S.L.

Experiencia profesional en Tecnoambiente, S.L.

Professional experience in Tecnoambiente, S.L.

tecnoambiente



Roberto Gil Garrote

Licenciado en Biología

María del Carmen Villa Lojo (Tutora profesional)

Darío Prada Rodríguez (Tutor académico)

M^a Paz Gómez Carracedo (Tutora académica)

Agradecimientos:

Agradezco a Tecnoambiente y a la oportunidad que me han dado de hacer las prácticas en su empresa, porque gracias a ellas he aprendido a utilizar equipos instrumentales y realizar técnicas que de otra forma no habría conocido.

Por lo que respecta a la gente que trabaja allí y que conocí en todo este tiempo solo puedo decir cosas buenas la verdad. A pesar de que al principio estaba un poco desubicado y me trataban, o eso me parecía a mi, con un poco más de lejanía, al poco tiempo ya me sentía integrado al 100%. Creo que fue muy importante la poca diferencia de edad que había entre los que trabajamos en el laboratorio, propiamente dicho, y la presencia de Alejandra haciendo prácticas. Por Pablo y nuestras conversaciones de fútbol, por Vanessa y su manera de explicar las cosas y su forma de ser y por Alejandra, con la que aprendí a trabajar en equipo, han merecido la pena estas prácticas.

Índice:

1.	Resumen del trabajo realizado.....	3
2.	Datos personales y de la empresa.....	5
3.	Técnicas realizadas en el laboratorio.....	12
3.1	Determinación de la inhibición de la bioluminiscencia con <i>Vibrio Fischeri</i>	
3.2	Determinación de sales solubles	
3.3	Determinación de nitritos (NO_2^-)	
3.4	Determinación de nitratos (NO_3^-)	
3.5	Determinación de cloruros	
3.6	DQO (Demanda Química de Oxígeno)	
3.7	SST (Sólidos Totales en Suspensión)	
3.8	Determinación de metales disueltos por espectroscopía de absorción atómica	
3.9	DBO ₅ (Demanda Bioquímica de Oxígeno)	
3.10	Determinación de nitrógeno amoniacal (Amonio)	
3.11	Determinación de sulfatos	
3.12	Determinación de surfactantes aniónicos (Detergentes)	
3.13	Determinación de aceites y grasas	
3.14	Determinación de fósforo disuelto	
3.15	Determinación de cromo VI	
3.16	Determinación de nitrógeno total	
3.17	Determinación de la turbidez	
3.18	Determinación de pH, conductividad y temperatura	
3.19	Determinación de aluminio	
4.	Otros trabajos realizados en el laboratorio.....	45
5.	Relación de los problemas planteados y el procedimiento seguido para su resolución.....	48
6.	Conclusiones.....	49
7.	Valoración.....	50
8.	Hoja de conformidad.....	52

1. Título y resumen del trabajo realizado en los 3 idiomas (español, gallego e inglés):

Experiencia profesional en Tecnoambiente, S.L.

Experiencia profesional en Tecnoambiente, S.L.

Professional experience in Tecnoambiente, S.L.

El trabajo que realicé durante los meses de prácticas en Tecnoambiente ha sido principalmente trabajo de laboratorio. La mayor parte del tiempo la dediqué a análisis de aguas tanto de agua dulce como de agua marina. A estas aguas les realicé procedimientos para analizar, entre otros, nitratos, cloruros, sólidos, metales, detergentes, aceites y grasas, calcular la DQO (demanda química de oxígeno) y la DBO₅ (demanda bioquímica de oxígeno), así como dar sus valores de pH, temperatura y conductividad. También aprendí a trabajar con diferentes aparatos, como el analizador microtox, el destilador, el rotavapor, el espectrofotómetro y el espectrofotómetro de absorción atómica. Por último, me enseñaron a calibrar, verificar y limpiar diferentes instrumentos del laboratorio, así como a solucionar algunos de los problemas que pueden surgir diariamente dentro de este.

O traballo que realicei durante os meses de prácticas en Tecnoambiente foi principalmente traballo de laboratorio. A maior parte do tempo dediqueina a análise de augas tanto de auga doce como de auga mariña. A estas augas realiceilles procedementos para analizar, entre outros, nitratos, cloruros, sólidos, metais, deterxentes, aceites e graxas, calcular a DQO (demanda química de osíxeno) e a DBO₅ (demanda bioquímica de osíxeno), así como dar os seus valores de pH, temperatura e conductividad. Tamén aprendín a traballar con diferentes aparellos, como o analizador microtox, o destilador, o rotavapor, o espectrofotómetro e o espectrofotómetro de absorción atómica. Por último, ensináronme a calibrar, verificar e limpar diferentes instrumentos do laboratorio, así como a solucionar algúns dos problemas que poden xurdir diariamente dentro de leste.

The work that I realized during the months of practices in Tecnoambiente has been principally a laboratory work. I dedicated most of the time to water analysis both of freshwater and of seawater. To these waters I realized procedures to analyze, between others, nitrates, chlorides, solid, metals, detergents, oils and fats, to calculate the COD (Chemical oxygen demand) and the BOD₅ (Biochemical oxygen demand), as well as to give his values of pH, temperature and conductivity. Also I learned to work with different devices, as the analyzer microtox, the distiller, the rotary evaporator, the spectrophotometer and the spectrophotometer of atomic absorption. Finally, they taught me to calibrate, to check and to clean different instruments of the laboratory, as well as to solving some of the problems that can arise every day inside this one.

2. Datos personales y de la empresa:

Datos personales:

Apellidos y nombre: Gil Garrote, Roberto

DNI: 47385288-K

Dirección de contacto: Ricardo Labaca 12, 15007 A Coruña

Teléfono: 619988994

Correo electrónico: robymsc@hotmail.com

Sobre la empresa:

Tecnoambiente, S.L. se fundó en 1980 y es una empresa pionera en España en la prestación exclusiva de servicios de consultoría especializada en el medio ambiente.

Su cultura persigue la satisfacción de los clientes mediante la prestación de asistencias técnicas desarrolladas por expertos cualificados y de amplia experiencia, ayudando a sus clientes en la búsqueda e implantación de soluciones y alternativas sostenibles ante los retos técnicos y medioambientales.

Tecnoambiente está formado por un equipo humano multidisciplinar altamente especializado, la tecnología más avanzada y las acreditaciones necesarias para dar la mejor respuesta a las necesidades de sus clientes.

Para cumplir sus objetivos disponen de una organización muy flexible, adaptable a las necesidades de cada cliente, cuyo éxito demostrado se debe a:

- Experiencia: Más de 2.000 estudios e informes realizados por toda España y en otros diez países en relación a una serie de unidades de negocio perfectamente definidas.
- Capacidad técnica: Cuenta con equipos instrumentales para muestreo y medida en campo y de un laboratorio propio homologado para el análisis de todo tipo de muestra ambiental.
- Capacidad de innovación: Mejorando sus servicios y abriendo nuevas líneas de trabajo, fundamental en un negocio de tecnología con rápida evolución.

- Aptitud: Para colaborar con otras empresas de consultoría e ingeniería para la realización de estudios complejos y multidisciplinarios.
- Integración: En una sola empresa de todas las parcelas que componen la consultoría ambiental (estudio sobre el terreno, analítica y trabajo de gabinete).

Tecnoambiente es totalmente independiente respecto a grupos financieros o constructoras.

Su organización se configura a través de centros operativos con funciones técnicas y comerciales, siendo posible atender, autónomamente o mediante el apoyo de los medios humanos y materiales que en cada caso se requieren de otros centros, las necesidades de los clientes en su ámbito geográfico de actividades.

Dispone de 5 oficinas y laboratorios en España (Badalona, Jerez de la frontera, A Coruña, Madrid y Zaragoza) y 1 en Perú (Lima).

Por lo que respecta a su equipo humano, apuesta por la excelencia gracias a un equipo de técnicos multidisciplinar (**Figura 1**). Cuenta con más de 90 profesionales altamente cualificados en diferentes especialidades: Biología, Ingeniería, Química, Ciencias del Mar, Geología, Arqueología, Economía, Derecho, etc.

Apuestan por el desarrollo profesional de su equipo y la movilidad geográfica que les permite estar allí donde sus clientes los necesitan.

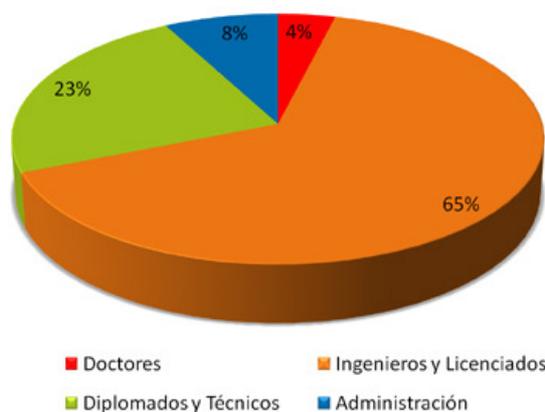


Figura 1: Gráfico de sectores del equipo humano de Tecnoambiente, S.L.

Nuestra **misión**

Nuestra razón de ser, la finalidad y el propósito fundamental a alcanzar
 En TECNOAMBIENTE trabajamos a nivel internacional para ofrecer servicios medioambientales innovadores y de calidad, contribuyendo al desarrollo sostenible y aportando valor a nuestros clientes, accionistas y equipo humano.

Nuestros **valores**

La base sobre la que se asienta nuestro modelo de gestión y eje de referencia para toda la organización.

Orientación al cliente

Solucionamos las necesidades de nuestros clientes ofreciendo servicios innovadores y de calidad.

Orientación a los resultados

Tomamos decisiones con rapidez focalizadas en la consecución de resultados.

Compromiso con las personas

Contribuimos al desarrollo personal y profesional de nuestro equipo humano.

Respeto por el medio ambiente

Desarrollamos nuestras actividades aplicando criterios de sostenibilidad.

Nuestra **visión**

Es la proyección, una imagen de futuro de nuestra organización a largo plazo.

Internacionalización

Consolidarnos como una compañía internacional referente en el sector de los servicios medioambientales.

Innovación

Desarrollando aplicaciones y soluciones innovadoras como herramienta estratégica de crecimiento rentable del negocio.

Sostenibilidad

Ofreciendo soluciones de calidad y seguridad comprometidos con el medioambiente.

Desarrollo

Comprometidos con el desarrollo personal y profesional de nuestro equipo humano.

Sus cifras:

Más de 30 años de experiencia ofreciendo soluciones en el sector de consultoría medioambiental.

Más de 2.000 estudios e informes realizados.

Más de 125.000 parámetros analizados en sus laboratorios, correspondientes a más de 15.000 muestras.

Llevan a cabo y están desarrollando proyectos tanto para clientes públicos como privados en Europa, África, América y Asia.

En los últimos 5 años, Tecnoambiente ha invertido más del 10% de su facturación en mejorar y ampliar sus medios y equipos técnicos.

Tecnoambiente, S.L. se divide en 3 sectores en los que realiza múltiples y diversas actividades que paso a resumir a continuación:

a. Medio marino

I. Geofísica e Hidrografía (**Figura 2**):

- i. Mapas de detalle del fondo marino
- ii. Batimetrías de alta resolución
- iii. Control estructural de diques
- iv. Detección y localización de objetos sumergidos
- v. Control de operaciones de dragado
- vi. Estructura geológica de los fondos
- vii. Estudios previos a obras marinas
- viii. Control y seguimiento de infraestructuras sumergidas
- ix. Emisarios



Figura 2: Geofísica e Hidrografía

II. Oceanografía (**Figura 3**):

- i. Caracterización fisicoquímica de la columna de agua
- ii. Caracterización fisicoquímica de los fondos marinos
- iii. Estudios de estructura y composición de flora y fauna
- iv. Estudios de hidrodinámica sedimentaria
- v. Seguimiento de parámetros ambientales a los largo del tiempo
- vi. Fondeo de equipos de medida



Figura 3: Oceanografía

III. Pesquerías (**Figura 4**):

- i. Evaluación del estado poblacional y sanitario de especies de interés comercial
- ii. Estudios de consultoría y redacción de planes estratégicos para actividades acuícolas
- iii. Estudios de la afección de obras marinas sobre las pesquerías
- iv. Cartografiado y caracterización de bancos de marisqueo
- v. Estudios de impacto ambiental de instalaciones acuícolas
- vi. Estudios de presencia de contaminantes
- vii. Estudios de productividad
- viii. Estudios de comportamiento de especies



Figura 4: Pesquerías

Figura 5: Estudios ambientales

IV. Estudios ambientales (**Figura 5**):

- i. Estudios de impacto ambiental
- ii. Planes de vigilancia ambiental
- iii. Diagnóstico ambientales
- iv. Evaluaciones del estado ecológico
- v. Estudios de alternativas para proyectos en la zona costera
- vi. Obtención de datos de campo
- vii. Servicios de consultoría y asesoría ambiental



V. Modelización (**Figura 6**):

- i. Los modelos numéricos permiten, a partir de datos reales obtenidos en campo, simular condiciones y escenarios para prever los efectos futuros de distintos tipos de actuaciones o proyectos

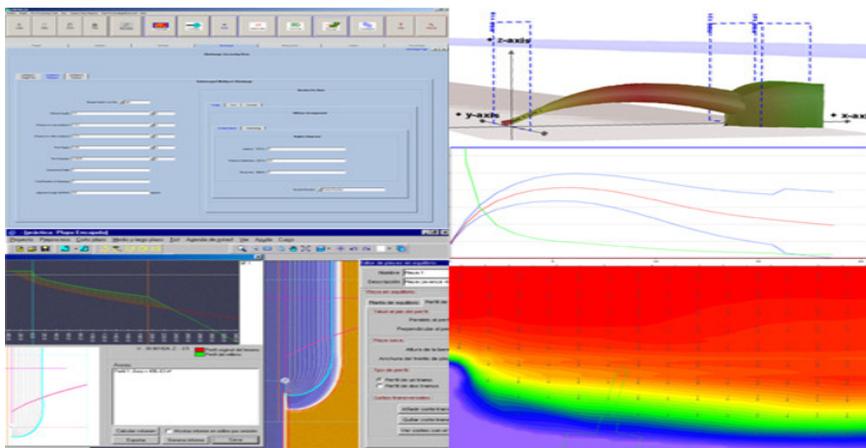


Figura 6: Modelización

b. Medio continental

- I. Estudios atmosféricos y sonométricos
- II. Estudios de impacto ambiental
- III. Estudios y planes urbanísticos
- IV. Planes de vigilancia ambiental
- V. Restauración ambiental y paisajismo
- VI. Arqueología
- VII. Estudios energéticos
- VIII. Estudios de flora y fauna
- IX. Limnología y pesca eléctrica
- X. Evaluación de riesgos ambientales
- XI. Estudios termográficos

c. Laboratorio

En 2003 fue comprada por TRADEBE, de la que haré un pequeño resumen a continuación, así como de su evolución histórica.

Tradebe ofrece soluciones medioambientales mediante la valorización, tratamiento y eliminación de residuos.

Es una de las compañías líderes en la gestión de residuos peligrosos en España y tiene filiales en EEUU, Inglaterra y Francia.

Su internacionalización, unida a una gran presencia en el territorio nacional, los sitúa como una de las compañías con mayor proyección en el sector.

Su expansión internacional los sitúa como empresa competitiva y de referencia en el sector medioambiental.

Mediante un esfuerzo inversor continuado, tanto en adquisiciones de empresas como en mejora y ampliación de sus instalaciones productivas, sus ventas han pasado de 37 millones de euros en 1999 a 200 millones en tan solo una década y cuenta en la actualidad con una plantilla de más de 1.000 empleados en todo el mundo.

Su experiencia y conocimiento técnico les permite ofrecer soluciones innovadoras para tratar la mayoría de los residuos industriales y municipales. Durante el año 2008 ha gestionado más de 2 millones de toneladas de residuos; de esa cantidad, un 60% se ha sometido a procesos de reciclaje.

Evolución histórica:

1978: Adquisición de FRAGSA, dedicada desde 1975 a la gestión y tratamiento de vehículos fuera de uso descontaminado (V. F. U.) mediante procesos de fragmentación y separación de metales.

1989: ECOIMSA obtiene autorización para la recogida de residuos de hidrocarburos procedentes de buques (MARPOL anexo I).

1990: Adquisición de FRAGNOR, planta fragmentadora ubicada en Amorebieta (Vizcaya).

1992. LUNAGUA entra a formar parte de TRADEBE y en 1994 pone en marcha la planta de tratamiento de residuos industriales.

1997: Creación de INTRAVAL para desarrollar nuevas líneas de actividad dentro de TRADEBE en consultoría, ingeniería y tratamientos de residuos sólidos urbanos.

1998: Constitución de la sociedad filial PROINTRAVAL para la construcción y explotación de una planta para la obtención de compost.

2002: Adquisición de ECOLOGÍA QUÍMICA (EQ) ubicada en Gualba (Barcelona) dedicada al reciclaje de disolventes usados por la industria.

Adquisición de LINERSA consolidando la presencia del grupo en el País Vasco, como territorio estratégico de desarrollo de su negocio.

2002: Entrada en EEUU, a través de la constitución de RECOVERY & RECYCLING SOLUTIONS LP (RRS) ubicada en Houston, Texas, "centro mundial" del sector petrolero.

2003: Entrada en Inglaterra, mediante la compra de WILLACY OIL SERVICES (WOS), fundada en 1989. WOS provee una amplia gama de instalaciones y servicios de tratamiento para lodos de refinería (total oily sludge management).

2003: Compra de TECNOAMBIENTE, empresa de consultoría pionera en España en la prestación exclusiva de servicios integrales especializados en medio ambiente.

2004: Inicio actividad de descontaminación de suelos.

2006-2007: Fortalecimiento de la presencia del grupo en UK, mediante la adquisición de AWS, TRADEBE GWENT y NORTH WEST.

2008: Presencia relevante en EEUU, mediante la compra de PSI (Nueva Orleans) y de PCI (Chicago).

3. Técnicas realizadas en el laboratorio:

Todas las técnicas acreditadas por ENAC se elaboran a partir de: "Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater. 21 Ed."

3.1. Determinación de la inhibición de la bioluminiscencia con "*Vibrio Fischeri*" por el Método 8050 B. Test de bioluminiscencia bacteriana.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de la inhibición de la luminiscencia emitida por la bacteria marina "*Vibrio Fischeri*" producida por la toxicidad de muestras acuosas.

Su fundamento se centra en que estas bacterias desvían parte de su energía respiratoria hacia una ruta metabólica específica que transforma la energía química en energía lumínica que podemos captar mediante el analizador Microtox (modelo Microbits m-500) (**Figura 7**).

Reactivos

- Preparación de NaOH 0,1 N: Se pesan 0,4 g de NaOH con la balanza de precisión (AND ER-180A) (**Figura 8**) y se disuelven en 100 ml de agua destilada con la ayuda de un agitador magnético (VELP SCIENTIFICA) (**Figura 9**).
- NaCl.
- Reactivo Microtox (Microtox Reagent).
- Qc¹ (Quality control) de Fenol 100mg/L y de sulfato de zinc-hidrato 100 mg/L.

Procedimiento

→ Ajuste del pH: Antes de la realización de esta técnica, se mide el pH de las muestras con un pH-metro (CRISON micropH 2002) (**Figura 10**) para comprobar que se encuentran dentro de la neutralidad (entre 6 y 8). De no estarlo, se ajusta utilizando NaOH 0,1N hasta ese rango.

¹ Qc: Siempre que aparezcan estas siglas me estaré refiriendo a una muestra control (quality control). Esta muestra es propia de la empresa y se utiliza para controlar el ensayo que se esté realizando ya que se sabe la concentración que tiene desde el primer momento. Cada Qc es diferente para cada determinación y puede ser bajo, medio o alto en función de la concentración que lleve.

→ Ajuste osmótico de la muestra: Se realiza el ajuste osmótico hasta una concentración final del 2,0% como cloruro sódico. Se tara un vaso de precipitados de 100 ml y se pesan 50 g de muestra. Se tara el vaso con la muestra y pesamos 1 g de cloruro sódico. Se agita hasta su completa disolución.

→ Preparación del analizador Microtox (**Figura 7**) y de las bacterias: Para estabilizar el analizador Microtox, se enciende 30 minutos antes. Se pone una cubeta limpia en "Reagent" a 5,5º C. Se colocan cubetas limpias en los huecos de A1 a A5, de B1 a B5, de C1 a C2 y de D1 a D2 a 15º C. Se pipetea 1000µl de disolución reconstituyente en el "Reagent" y se espera 10 minutos.

Reconstitución reactivo (Bacterias): Se coge el vial del congelador (Microtox Reagent) y se le saca el sello y la tapa. Se pasa la disolución reconstituyente del "Reagent" al vial de forma rápida.

→ Preparación de la muestra: Antes de medir las muestras se ensaya las muestras control Qc (Quality control) de Fenol 100mg/L y de sulfato de zinc-hidrato 100mg/L, igual que las muestras. Se echan 500µl de agua de dilución en B1 a B5 y D1 a D2, 1000µl de agua de dilución en A1 a A5 y C1, 1000µl de muestra osmóticamente ajustada en C2 y 1000µl de muestra osmóticamente ajustada en C1. Se mezcla 3 veces y a continuación se echan 1000µl de C1 a A5. Se vuelve a mezclar 3 veces y de A5 a A4. Se repite el proceso de mezclar 3 veces y así sucesivamente. De la A2 no se pasa nada a la A1. Se espera 5 minutos.

→ Adición del reactivo de Bacterias: Se echan 10µl en B1 a B5 y D1 a D2. Se dan golpes en la parte de abajo para mezclar. Se espera de 5 a 10 minutos.

→ Medida de la emisión de luz: Se miden los niveles cero de luz (I_0) de las cubetas B1 a B5 y D1 a D2. Se pone B1 en "Read" y se pulsa "SET" y luego "Read" con cada muestra.

→ Transferencia de la muestra al reactivo: Se echan 500µl de A1 a B1 y se mezcla 3 veces. De A2 a B2 y se mezcla 3 veces y así sucesivamente. Se espera 15 minutos para medir los niveles de luz a 15 minutos (I_t) de B1 a B5 y de D1 a D2. Se ponen por ese orden las cubetas en el "Read" para obtener un valor de nivel de luz.

Para terminar se calcula la EC50 en una hoja de cálculo de EXCEL.



Figura 7: Analizador Microtox



Figura 8: Balanza de precisión



Figura 9: Agitador magnético

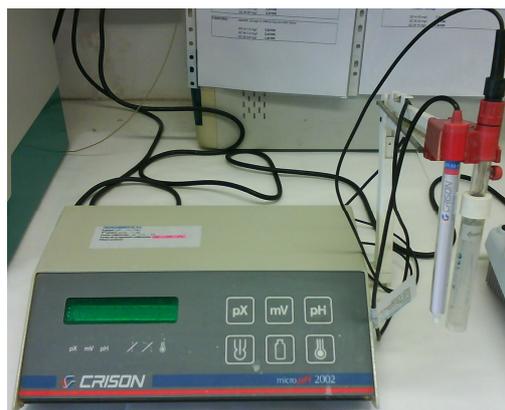


Figura 10: pH-metro

3.2. Determinación de sales solubles por el método 2510 B.

Método de laboratorio.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de la conductividad eléctrica en aguas residuales, como un parámetro indicador de la concentración de sales disueltas.

El fundamento en el que se basa es que la conductividad es la expresión numérica de la capacidad de una disolución para transportar una corriente eléctrica. Dicha capacidad depende de la presencia de iones y de su concentración total, movilidad, valencia y de la temperatura de medición.

La conductividad teórica es directamente proporcional a la concentración de sales, en cambio la conductividad real no es proporcional a dicha concentración de sales, debido a la disminución del grado de disociación iónica con el aumento de la concentración de sales. Ésta tiene un rango lineal hasta un valor de conductividad de $100\mu\text{S}/\text{cm}$. Por este motivo, es necesario realizar diluciones siempre que la conductividad inicial de la muestra sea superior a $100\mu\text{S}/\text{cm}$, para obtener valores fiables.

Reactivos

Qc de 2,49 mS/cm y Qc de $646\mu\text{S}/\text{cm}$.

Procedimiento

En primer lugar se calibra el conductímetro (CRISON modelo 524) (**Figura 11**) con los patrones a temperatura ambiente.

A continuación se mide el Qc de 2,49 mS/cm.

Se echa parte de la muestra en un vaso de precipitados y se mide la conductividad y la temperatura.

Si es mayor de $1000\mu\text{S}/\text{cm}$ se diluye la muestra en un matraz de 20 ml con agua destilada. 2:20 (1:10). Se vuelve a medir la conductividad.

Si es mayor de $100\mu\text{S}/\text{cm}$ se añade mediante una microbureta gota a gota agua destilada y en agitación hasta que alcance dicho valor o inferior. Se apunta el volumen consumido (se pueden llegar a consumir valores por encima de 20 ml de agua destilada) y la temperatura.

Para terminar, se mide el Qc de $646\mu\text{S}/\text{cm}$.



Figura 11: Conductivímetro

3.3. Determinación de nitritos (NO_2^-) por el método Reactivo de Zambelli.

El método Reactivo de Zambelli para la determinación de nitritos no está acreditado por ENAC pero se utiliza igualmente debido a los buenos resultados que ha proporcionado.

Este método es aplicable para aguas potables, superficiales y residuales, tanto domésticas como industriales, en concentraciones de 0-0,9mg/L NO_2^- .

El ácido sulfanílico en medio clorhídrico, en presencia de ión amonio y de fenol, forma con los iones nitrito un complejo coloreado amarillo, cuya intensidad es proporcional a la concentración de nitritos.

Reactivos

- Reactivo de Zambelli: En un vaso de precipitados de 1 litro se introducen 260 ml de ClH y 500 ml de agua destilada. Se añaden 5 g de ácido sulfanílico y 7,5250 g de fenol cristalizado, calentando suavemente hasta su disolución. Se deja enfriar y se añaden 135 g de cloruro amónico. Se tiene en agitación y con calor hasta su completa disolución. Se deja enfriar y se enrasa a 1 l con agua destilada.
- Preparación Qc: se cogen 2 ml de Qc (solución hija NO_2^-) y se enrasa hasta 50 ml con agua destilada. Esta solución hija se prepara cogiendo 1 ml de la madre (nevera) y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Amoníaco puro (ammonia 30%).

Procedimiento

Se cogen 50 ml de muestra y se echan en matraces de 50 ml. En los casos en los que las muestras se vean algo turbias, será necesario filtrarlas mediante un filtro de 0,45 μm de tamaño de poro.

Se hace un blanco con agua destilada y el Qc.

Se añade a todos los matraces 2 ml de Reactivo de Zambelli y se espera 10 minutos.

Luego se le añade a cada uno 2 ml de amoníaco puro (ammonia 30%), se homogeniza y se espera 5 minutos.

Se mide a 435nm en el espectrofotómetro UV-VIS (Cary 60) (**Figura 12**).

Si alguna de las muestras se va del rango 0-0,9mg/L NO_2^- , se vuelve a hacer diluyendo 10 ml de muestra en 50 ml de agua destilada o 5 ml de muestra en 50 ml de agua destilada.

Para el cálculo de la concentración se hace uso de una recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa.

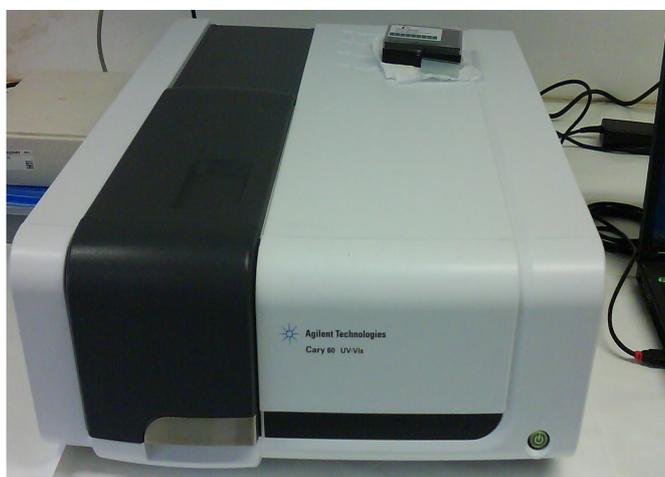


Figura 12: Espectrofotómetro UV-VIS

3.4. Determinación de nitratos (NO_3^-) por el test en cubetas en agua de mar (MERCK).

Este test para la determinación de nitratos no está acreditado por ENAC pero se utiliza, como sucedía en el caso del método anterior, para la determinación de nitritos, debido a los buenos resultados que ha proporcionado.

Es una técnica adecuada para la determinación de nitratos en muestras con bajo contenido en materia orgánica, es decir, aguas naturales incontaminadas y suministros de agua potable.

Su fundamento se basa en que los nitratos, en presencia de cloruros, en solución fuertemente sulfúrica, forman con resorcina un colorante de indofenol violeta rojizo que se determina fotométricamente.

Reactivos

- NO₃-1K.

Procedimiento

Se cogen 2 ml de cada una de las muestras y se añaden a los tubos del test comercial específico para la determinación de nitratos.

Para algunas muestras que se puedan ir de rango, se les hace una dilución 5 en 50. Se calienta un poco.

A continuación se añade una cucharadita de NO₃-1K del test y se agita vigorosamente. Se calienta mucho porque los tubos contienen ácido sulfúrico.

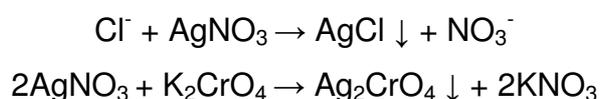
Se dejan reposar durante 30 minutos y se miden a 435nm en el espectrofotómetro (**Figura 12**). Cada vez que realicemos esta determinación se debe hacer un cero con uno de los tubos del kit que contiene ácido sulfúrico.

Como en la determinación anterior, para calcular la concentración se hace uso de una recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa.

3.5. Determinación de cloruros por el método 4500-Cl⁻ B. Método Argentométrico.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de cloruros en muestras acuosas.

Su fundamento es el siguiente: En una solución neutra o ligeramente alcalina, el cromato potásico indica el punto final de la titulación de cloruros con nitrato de plata. Se precipita cloruro de plata cuantitativamente antes de formarse el cromato de plata rojo. Las reacciones que tienen lugar son las siguientes:

**Reactivos**

- Preparación de titulante nitrato de plata patrón: se cogen 0,4790 g de nitrato de plata (AgNO₃) en unos 150 ml de agua destilada. Se disuelven y se enrasan a 200 ml de agua destilada.

- Preparación Qc: En primer lugar se pesan 0,8287 g de NaCl en 250 ml de matriz de agua residual y a continuación se llena la microbureta con nitrato de plata para valorar, sin dejar ninguna burbuja por el medio.

- Del Qc madre preparado al principio se hacen 10 Qcs hijos cogiendo 0,5 ml con micropipeta y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada. Se mira su pH con tiras (tiene que ser neutro, entre 7 y 10). Se valoran y apuntan los resultados de los 10.

- Qc alto, medio y bajo: 3,5, 1,6 y 0,8 ml respectivamente de patrón Qc (nevera) y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.

Procedimiento

Se cogen unos 80 ml de cada una de las muestras en un matraz de 100 ml y se les mira su pH. De no estar en valores cercanos a la neutralidad (entre 7 y 10) se añaden las gotas suficientes de NaOH 0,1N.

Una vez realizada la lectura del pH se enrasa hasta 100 ml y si alguna muestra se cree que se va a ir de rango posteriormente, se diluye 1:2.

Se estandariza el titulante de nitrato de plata AgNO_3 de la microbureta patrón. Para valorar el nitrato de plata de la microbureta se cogen 5 ml de Qc cloruro sódico y 4 o 5 gotas de cromato potásico hasta que se vuelva rosado o naranja (sobre 5 ml).

Se toman alícuotas de 5 ml de NaCl patrón en un vaso de 50 ml y se añaden 3 gotas de solución indicadora de cromato potásico (K_2CrO_4). Se valora hasta el punto final amarillo rosado.

Para las muestras se añade 1 ml (unas 6 gotas) de solución indicadora de cromato potásico (Indicador amarillo).

Se establece el valor del blanco de reactivos titulando 100 ml de agua destilada con pH entre 7 y 10. Se valora hasta el punto final amarillo rosado (lo normal es que den valores entre 0,7 y 0,9, aunque nos llegaron a dar valores rondando 2).

Se ensaya, igual que el blanco, un Qc alto, un Qc medio y un Qc bajo.

Se valora las muestras con AgNO_3 hasta el punto final amarillo rosado. Se hacen 2 réplicas de cada una y el resultado será la media de los 2.

Si la muestra consume más de 10 ml se diluye las veces que haga falta.

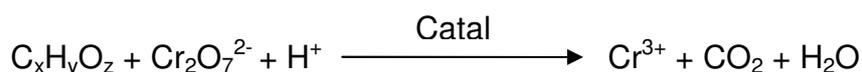
3.6. DQO (Demanda Química de Oxígeno) por el método 5220

C. Reflujo Cerrado, Método Titulométrico.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de demanda química de oxígeno (DQO) en muestras acuosas.

El fundamento de esta técnica se basa en que la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar la materia orgánica contenida en el agua se mide utilizando un fuerte agente químico oxidante en medio ácido. La mayor parte de la materia orgánica resulta oxidada por una mezcla a ebullición de los ácidos crómico y sulfúrico. Se somete a reflujo una muestra en una solución ácida fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$). El ensayo debe realizarse a temperatura elevada ($150^\circ C$).

La reacción principal es:



Después de la digestión, el $K_2Cr_2O_7$ no reducido se determina con sulfato de amonio ferroso para determinar la cantidad de $K_2Cr_2O_7$ consumido y calcular la materia orgánica oxidable en términos de equivalente de oxígeno.



Reactivos

- Preparación de disolución digestora de dicromato potásico patrón, 0,01667M (0,1002 N): Se disuelven 0,9800 g de dicromato potásico $K_2Cr_2O_7$, secado previamente a $150^\circ C$ durante 2 horas, en unos 100 ml de agua destilada. Se añaden 33 ml de ácido sulfúrico al 96% y 6,6000 g de sulfato de mercurio (II) $HgSO_4$. Se disuelve y se deja enfriar a temperatura ambiente. Se pasa a un matraz aforado de 200 ml y se enrasa con agua destilada.
- Preparación de FAS (patrón para titulación): se pesan 7,8385 g de sulfato amonio ferroso en un vaso de 250 ml y se le añaden unos 100 ml de agua destilada y 4 ml de ácido sulfúrico al 96%. Se deja enfriar y se diluye hasta 200 ml con agua destilada. Esta preparación se introduce en la microbureta eliminando las burbujas que aparezcan al hacerlo.
- Preparación de disolución catalítica: se pesan 5 g de sulfato de plata en unos 500 ml de ácido sulfúrico al 96%. Se deja en agitación hasta que se disuelva por completo. Este proceso puede llevar horas.
- Preparación de Qcs: Se pesan 0,3190 g (alto), 0,1530 g (medio) y 0,0680 g (bajo) del patrón Qc guardado en el desecador. Se ponen por separado en agitación en una cierta cantidad de agua destilada hasta su disolución y luego se enrasan a 1 litro de agua destilada.

Procedimiento

Se cogen 2,5 ml de cada muestra (10 muestras como máximo) con una pipeta de 5 ml y se echan en los tubos de DQO (**Figura 13**). En algunas muestras, conocidas de antemano, se realizan diluciones 10 en 50 o 20 en 50.

Se añaden 1,5 ml de disolución digestora y 3,5 ml de disolución catalítica. El ácido sulfúrico se debe añadir con cuidado, apoyando la pipeta contra el cristal e inclinando el tubo. Se van a ver 2 fases.

Se prepara un blanco con los reactivos y 2,5 ml de agua destilada y un Qc (alto/medio/bajo) (en nevera) igual que las muestras.

Se prepara un FAS con 2,5 ml de agua destilada, 1,5 ml de disolución digestora y 3,5 ml de disolución catalítica.

Se cierran los tubos con teflón y se homogenizan por inversión. Se calientan.

Se meten los tubos en el bloque termostático metálico (P selecta) (**Figura 13**) a 150° C, previamente encendido, durante 2 horas, menos el FAS. Se hacen 2 réplicas de cada tubo.

Si 1 tubo se vuelve azul durante el calentamiento se hace otro diluido.

Pasado el tiempo, se añaden 2-3 gotas de indicador ferroina tras echar las muestras de los tubos en vasos. Se agita mientras se titula con FAS. Se produce un cambio de color de azul a marrón.

Para hacer el cálculo de la DQO, se hace uso de una recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa.



Figura 13: Bloque termostático metálico y tubos de la DQO

3.7. SST (Sólidos totales en suspensión) por el método 2540

D. Sólidos Totales en Suspensión secados a 103-105°C.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de sólidos totales en suspensión sobre muestras acuosas.

El fundamento en el que se basa es que se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio. El filtro estándar de fibra de vidrio y el residuo retenido en el mismo se seca hasta llegar a un peso constante a 105°C. El aumento de peso del filtro representa los sólidos totales en suspensión.

Reactivos

- Preparación de matriz de agua marina: se cogen 35 g de cloruro sódico y se disuelven en unos 800 ml de agua destilada. Una vez esté todo disuelto, se enrasa a 1 litro con agua destilada.
- Preparación de Qc a concentraciones altas, 2000mg/L (2000mg): Se pesan 2g de celulosa microcristalina y se diluyen y enrasan en 1 litro de agua matriz. Se preparan los Qcs (se agita bien el bote antes de echar):
 - Alto: 50 ml de Qc alto.
 - Medio: 20 ml, medidos con matraz, de Qc alto en 200 ml de agua destilada.
 - Bajo: 20 ml, medidos con matraz, de Qc alto en 200 ml de agua destilada y 25 ml de este matraz en 1 litro de agua destilada.
 - Bajo mar: 20 ml, medidos con matraz, de Qc alto en 200 ml de agua destilada, 50 ml de este matraz en 500 ml de matriz de agua marina y 100 ml de este matraz en 1 litro de matriz de agua marina.

Procedimiento

- Preparación de filtros: se cogen 30 filtros de fibra de vidrio y se introducen en un bote con agua destilada. Se agita suavemente. Se vacía y se vuelve a repetir el lavado con agua destilada unas 2 o 3 veces hasta que el agua se vea transparente. Luego se coloca los filtros en unas bandejas y se meten en la estufa (**Figura 14**) a 105° C unas 2 horas. Pasado este tiempo, se colocan en el desecador (**Figura 14**) 30 minutos. Luego se pesan y se cogen 3 filtros al azar y se filtra por ellos 150 ml de agua destilada. Se ponen 1 hora en la estufa (**Figura 14**) a 105° C, 30 minutos en el desecador (**Figura 14**) y se vuelven a pesar para ver si dan el mismo valor.

En primer lugar, se pesan los filtros de fibra de vidrio para las muestras y los Qcs que sean necesarios.

Se filtran las muestras y los Qcs a vacío (**Figura 15**). Se apunta la cantidad de muestra filtrada en cada caso. En las aguas de mar se filtran 1000 ml. Antes de

filtrar hay que mojar un poco el filtro con agua destilada para eliminar posibles impurezas que pueda tener y una vez filtrada la muestra, se filtran 30 ml de agua destilada para eliminar partículas poco fijadas al filtro (en el caso de los Qcs, se lavan los matraces con estos 30 ml). En el caso de las aguas de mar, se filtran 300 ml.

Se colocan los filtros en la estufa (Trade raypa, Drying oven digit) (**Figura 14**) durante 1 hora a 105° C, encendida previamente para que alcanzara esta temperatura. Luego 30 minutos en el desecador (**Figura 14**) y pasado este tiempo se pesan. Se vuelven a colocar 30 minutos en la estufa a 105° C, 30 minutos en el desecador y se pesan nuevamente. Si dan pesos más o menos iguales (con una variación máxima de 0,0006 unidades) nos quedamos con esos datos, en caso contrario se volverían a meter en el desecador hasta que se parecieran ya que el peso no se estabilizará hasta que no quede agua.



Figura 14: Estufa y desecador



Figura 15: Método filtrado de muestras

3.8. Determinación de metales disueltos por espectroscopía de absorción atómica por el método 3111 B. Método directo de llama aire-acetileno.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de metales disueltos en muestras acuosas mediante Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA de Llama).

La cantidad de energía absorbida en la llama a una longitud de onda característica es proporcional a la concentración del elemento en la muestra, en un intervalo de concentración limitado.

Este método es aplicable cuando las concentraciones de los elementos a determinar son relativamente elevadas.

Reactivos

- Preparación de CaCO_3 (carbonato cálcico): se pesan 0,63 g de CaCO_3 en 50 ml de ácido clorhídrico. Se disuelve y a 1 litro de agua destilada.

Procedimiento

Cada día de ensayo hay que realizar las curvas de calibrado para todos los metales que se miden en el equipo: Zn, Cd, Pb, Cr, Cu, Ni, Fe y Mn.

Para ello se preparan las disoluciones: se cogen 5 ml del bote comercial y se enrasa a 50 ml con agua destilada. De este matraz se cogen 10 ml y se enrasan a 100 ml nuevamente con agua destilada. Se echa cada disolución en su bote correspondiente.

Se prepara la recta de calibrado.

A cada tubo se le añade 0,1 ml de ácido nítrico.

Se prepara el espectrofotómetro de absorción atómica (Perkin Elmer 3110) (**Figura 16**) según el protocolo y se enciende la llama durante 15 minutos para que alcance la temperatura óptima. A continuación se optimizan los parámetros para cada metal a medir, para ello, en el equipo se ajusta la potencia de la lámpara, la longitud de onda, la energía y el porcentaje de oxidante y fuel para cada metal.

Existen distintas lámparas: una para el Zn, otra para el Cd, la misma para el Pb, el Cr, el Cu, el Ni y el Fe y otra para el Mn.

El siguiente paso consiste en medir los puntos de la recta de calibrado en el espectrofotómetro de absorción atómica (**Figura 16**) y realizar la recta de calibrado en un ordenador.

Por último, se leen las muestras y se mira la concentración según el valor de absorbancia obtenido.



Figura 16: Espectrofotómetro de absorción atómica

3.9. DBO₅ (Demanda Bioquímica de Oxígeno) por el método 5210 D. Método respirométrico.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅) sobre muestras acuosas.

Se basa en el fundamento de que los métodos respirométricos dan la medida directa de oxígeno consumido por microorganismo del aire o un medio enriquecido en oxígeno en un recipiente cerrado bajo condiciones de temperatura constante y agitación. La agitación continua evita que se formen gradientes de concentración.

Reactivos

- Preparación de inhibidor de la nitrificación: se pesan 2 g de alitiourea en un vaso de 500 ml con agua destilada en agitación. Una vez disuelto, se enrasa a 1 litro.
- Preparación de Qc madre DBO₅ patrón: se cogen 1,5000 g de Qc-010 y 1,5000 g de Qc-002 en unos 80 ml de agua destilada. Se disuelven, se le neutraliza el pH a 7 con KOH 6 N y se enrasa a 100 ml con agua destilada.
- Qc alto: 20 ml de Qc madre DBO₅ y se enrasan hasta 500 ml de agua de dilución.
- Qc medio: 5 ml de Qc madre DBO₅ y se enrasan hasta 500 ml de agua de dilución.
- Qc bajo: 0,5 ml de Qc madre DBO₅ y se enrasan hasta 500 ml de agua de dilución.

- Cloruro cálcico.
- Cloruro amónico.
- Sulfato de magnesio.
- Tampón fosfato.
- Cloruro férrico.
- Hidróxido potásico.

Procedimiento

En primer lugar se prepara el agua de dilución echando en un bote 1 L de agua destilada y 1 ml de los siguientes compuestos que fueron preparados en el laboratorio: cloruro cálcico, cloruro amónico, sulfato de magnesio, tampón fosfato y cloruro férrico.

Se deja airear aproximadamente 1 hora con una bomba de aire.

Luego en las “botellas” de la DBO₅ (Sistema sensor DBO₅. VELP SCIENTIFICA) (**Figura 17a**) se añaden tantos ml de cada una de las muestras. Estos ml que se añaden, se saben a partir de una serie de tablas creadas en EXCEL, en las cuales, se insertan los datos obtenidos en la DQO y a partir de estos se obtienen los ml necesarios de muestra que hay que añadir para que la DBO₅ se realice correctamente, así como los ml del agua de dilución que son necesarios para realizar el blanco.

Se prepara el blanco y un Qc.

Se mantienen durante 15 minutos en el frigotermostato (VELP SCIENTIFICA) (**Figura 17b**) a 20° C para atemperar, menos el blanco y el Qc.

Transcurrido este tiempo, se añaden x ml de simiente (no coger del fondo del frasco) según lo que nos indica la tabla. La simiente no es más que materia orgánica en un frasco y que mantenemos siempre en el frigotermostato (**Figura 17b**) a 20° C.

Se añade el inhibidor a las “botellas” de la siguiente manera (**Tabla 1**):

ml muestra	ml inhibidor
100	0,3
150	0,5
250	0,8
400	1,3

Tabla 1: Volumen (ml) de muestra e inhibidor

Se colocan los tapones a cada botella y en ellos se introduce una pequeña cantidad de hidróxido potásico.

Por último, se colocan los equipos de lectura, se ajusta la escala (para ello, se pulsan los 2 botones a la vez, se elige la escala y se le da al botón "B" hasta que aparezca un puntito) según la tabla, se introducen los agitadores magnéticos y se colocan las "botellas" en el frigotermostato (**Figura 17b**) a 20°C y en agitación durante 5 días.

Pasado este tiempo, se procede a recoger la lectura de estos 5 días que ha quedado guardada en los equipos de lectura. Se realiza de la siguiente manera: se mantiene pulsado el botón "B" hasta que aparezca el 1 y luego se le da a "A" para ver el valor. Se pulsa "B" para la siguiente medida y a "A" para ver el valor y así sucesivamente para los 5 valores (días).



Figura 17a: Sistema sensor DBO₅



Figura 17b: Frigotermostato

3.10. Determinación de nitrógeno amoniacal (Amonio) por el método 4500-NH₃ Amonio. Parte B: Destilación preliminar. Parte C: Método tritimétrico.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de nitrógeno amoniacal en muestras acuosas.

Su fundamento: La muestra se tampona a pH 9,5 con tampón borato para disminuir la hidrólisis de los cianatos y los compuestos de nitrógeno orgánico. Se destila en una disolución de ácido bórico. El amonio se determina por titración con un patrón de H₂SO₄ y un indicador mixto o un pH-metro.

Reactivos

- Preparación de ácido sulfúrico patrón para titulación (0,02 N): 200 ml de ácido sulfúrico 0,1 N y 800 ml de agua destilada.
- Preparación de ácido sulfúrico 0,1 N: se cogen 2,8 ml de ácido sulfúrico puro en 1 litro de agua destilada.
- Preparación de indicador mixto: se pesan 0,2 g de rojo de metilo + 0,1 g de azul de metileno. El rojo de metilo se disuelve en unos 80 ml de 2-propanol y el azul de metileno en unos 40 ml de 2-propanol. Se ponen en agitación las 2 y una vez disueltas (no van a acabar de disolverse por completo), se enrasa el rojo de metilo a 100 ml de 2-propanol y el azul de metileno a 50 ml de 2-propanol. Finalmente se combinan ambas disoluciones.
- Preparación de ácido bórico (disolución absorbente de ácido bórico): se pesan 20 g de ácido bórico en 1 litro de agua destilada.
- Preparación de hidróxido sódico 0,1 N: se cogen 0,4 g de hidróxido sódico en unos 80 ml de agua destilada. Una vez disuelto, se enrasan a 100 ml de agua destilada.
- Carbonato sódico.

Preparación Qcs:

Se cogen 5 matraces de 100 ml en los que se introduce:

- Qc bajo: 0,5 ml de Qc madre (nevera) y se enrasa con agua destilada. Este proceso se realiza por duplicado.
- Qc medio: 3,9 ml de Qc madre (nevera) y se enrasa con agua destilada. Este proceso se realiza por duplicado.
- Qc alto: 7 ml de Qc madre (nevera) y se enrasa con agua destilada. Este proceso se realiza por duplicado.

Procedimiento

Se preparan las muestras, el Qc y el blanco:

- Blanco: 150 ml de agua destilada.
- Qc: 50 ml de Qc (alto, medio o bajo), se añaden 2,5 ml de tampón borato y se ajusta a pH 9,5 con NaOH 0,1 N (o 6 N).
- Muestras: 50 ml de cada muestra, se añaden 2,5 ml de tampón borato y se ajusta a pH 9,5 con NaOH 0,1 N (o 6 N).

Se limpia el destilador (Equipo de destilación VELD SCIENTIFICA) (**Figura 18**) con agua destilada durante 3 minutos.

Se cogen varios matraces erlenmeyer (tantos como tubos tengamos) y se añade a cada uno 50 ml de ácido bórico y 0,5 ml de indicador mixto.

En el destilador se pone cada tubo de blanco, Qc y de las muestras y 1 matraz por cada tubo. El proceso de destilación en el equipo dura 5 minutos y entre cada uno se realiza un lavado de 3 minutos. Si la muestra contiene amonio, durante el proceso, va a pasar de color lila a verde.

Durante este período, se llena la microbureta con el ácido sulfúrico 0,02 N.

Se va titulando cada matraz hasta que volvamos a tener un color lila.

Se realizan 2 réplicas de cada, menos del blanco, del Qc y de las muestras que dan 0 (**Figura 19**).

Cada cierto tiempo, hay que preparar una disolución de carbonato sódico anhidro 0,05 N disolviendo 0,25 g de carbonato sódico anhidro en unos 80 ml de agua destilada y enrasando a 100 ml.

Esto se hace para estandarizar con esta disolución el ácido sulfúrico 0,02 N que se utiliza como patrón de titulación. Para ello se introduce en un erlenmeyer (o en un vaso de 100 ml) 10 ml de carbonato sódico anhidro 0,05 N con 15 ml de disolución absorbente de ácido bórico. Se echa en un vaso y en agitación se mide su pH. Hay que llegar hasta pH 5, echando ácido sulfúrico con la microbureta. Una vez se llega a dicho valor, se sacan los electrodos de pH, se coloca encima un vidrio de reloj y se sigue con la agitación 3-5 minutos. Pasado este tiempo, se introducen los electrodos de pH y se mira si realmente era 5. Como no lo es, se añaden unas gotas más de ácido sulfúrico hasta llegar a dicho valor y se apunta lo que consumió de ácido sulfúrico (entre 20-23 ml).

Para el cálculo de la concentración se hace uso de una recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa.



Figura 18: Destilador



Figura 19: Muestra con y sin amonio

3.11. a. Determinación de sulfatos por el método 4500-5042-E.

Método turbidimétrico.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de sulfatos en muestras acuosas.

El ión sulfato precipita en un medio de ácido acético con cloruro de bario de modo que forma cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. Se mide la absorbancia luminosa de la suspensión de BaSO₄ con un fotómetro a 420nm y se determina la concentración de SO₄²⁻ por comparación de la lectura con una curva patrón.

Reactivos

- Qc alto: 3,5 ml de patrón Qc y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc medio: 3 ml de patrón Qc y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc bajo: 2,5 ml de patrón Qc y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Patrón sulfato comercial.
- Tampón A.
- Cloruro de bario.

Procedimiento

Se prepara la recta de calibrado según se muestra en la **tabla 2** en 7 matraces. En los cuales se añaden los ml de patrón de sulfato comercial que se ven en la **tabla 2** y se enrasa a 100 ml con agua destilada:

Vol. (ml) patrón	Vol. (ml) final
0	100
1,5	100
2	100
2,5	100
3	100
3,5	100
4	100

Tabla 2: Volumen (ml) patrón y volumen final

Se traspa el volumen del matraz a un vaso de precipitados y en agitación se añaden 20 ml de disolución tampón A y 1 cucharada de cloruro de bario y se espera 1 minuto. Se detiene y se deja 5 minutos en reposo. Se mide en el espectrofotómetro (**Figura 12**) a 420nm lavando la cubeta 3 veces con cada uno.

Se cogen 2,5 ml de las muestras y si se sabe por experiencia que la muestra va a salir fuera de la recta, se realizan diluciones (20 en 100 ml, 5 en 100 ml o 2 en 100 ml). Se realiza el mismo procedimiento que el llevado a cabo con los patrones (añadiéndole tampón y cloruro de bario). Y un Qc alto, medio o bajo. Se mide en el espectrofotómetro (**Figura 12**) a 420nm. Y el resultado que nos de se lleva a la recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa y se obtiene la concentración de sulfatos que tenemos en la muestra.

3.12. Determinación de surfactantes aniónicos (Detergentes) por el método 5540 C. Surfactantes aniónicos como SAAM.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de surfactantes aniónicos (detergentes) en muestras acuosas.

Su fundamento es el siguiente: Las sustancias activas para el azul de metileno (SAAM) llevan a cabo la transferencia del azul de metileno, un tinte catiónico, de una solución acuosa a un líquido orgánico inmisible hasta el equilibrio. Esto ocurre a través de la formación de un par iónico entre el anión SAAM y el catión azul de metileno. La intensidad del color azul resultante en la fase orgánica es una medida de la SAAM.

El método SAAM es útil para valorar el contenido de surfactante aniónico de las aguas limpias y residuales, pero debe tenerse siempre en cuenta la posible presencia de otros tipos de SAAM.

El método comprende tres extracciones sucesivas en cloroformo a partir de medio acuoso ácido que contenga azul de metileno en exceso, seguidas de lavado por contracorriente con agua, y la determinación del color azul en el CHCl_3 por espectrofotometría a 652nm.

El sulfonato de alquilbenceno lineal (SAL) es el surfactante aniónico más utilizado y se emplea para estandarizar el método SAAM.

Los surfactantes de tipo sulfonato y sulfato responden juntos al análisis SAAM, pero pueden diferenciarse por otros métodos.

Reactivos

- Preparación de disolución de lavado: se cogen 41 ml de ácido sulfúrico 6N y se echan en un vaso de precipitados de 1 litro. Se añaden unos 500 ml de agua

destilada. A continuación se añaden 50 g de sodio dihidrógeno fosfato anhidro 1 hidrato y se agita hasta su completa disolución. Una vez disuelto, se enrasa en un matraz de 1 litro con agua destilada.

- Preparación de azul de metileno: se cogen 0,1000 g de azul de metileno en 100 ml de agua destilada. Luego se cogen 30 ml de esos 100 y se echan en un vaso de precipitados de 1 litro al que se le añaden unos 500 ml de agua destilada, 41 ml de ácido sulfúrico 6 N y 50,0550 g de sodio dihidrógeno fosfato anhidro 1 hidrato. Se enrasa en un matraz de 1 litro con agua destilada.

- Preparación disolución de SAL patrón de 10mg/L: se diluye 1 ml de la disolución SAL de reserva 1000mg/L en un matraz aforado de 100 ml de agua destilada.

- Preparación disolución SAL de reserva 1000mg/L: se cogen 0,2 g de SAL en unos 150 ml de agua destilada con cuidado de no formar espuma y se disuelve hasta 200 ml en un matraz.

- Preparación disolución de SAL STD 1000mg/L: se pesan 0,2 g de SAL en unos 150 ml de agua destilada sin formar espuma y se enrasa en un matraz de 200ml.

- Preparación disolución SAL Qc 1000mg/L: se pesan 0,2 g de SAL en una base activa del 100%. Se disuelve en unos 150 ml de agua destilada sin formar espuma y se enrasa en un matraz de 200 ml.

- Preparación hidróxido sódico 1 N: se cogen 4 g de este en unos 80 ml de agua destilada y se enrasa en un matraz de 100 ml.

- Preparación disolución de SAL Qc 100mg/L: se cogen 10 ml de disolución SAL 1000mg/L de la nevera y se llevan a 100 ml de agua destilada.

A partir de la disolución de SAL Qc 100mg/L se preparan las siguientes disoluciones:

- Qc bajo: se coge 1 ml de esta disolución y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc medio: se cogen 1,6 ml de la disolución de 100mg/L y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc alto: se cogen 1,8 ml de la disolución de 100mg/L y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.

- ²STD bajo: se coge 1 ml de STD y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada y luego de este se cogen 10 ml y se vuelve a enrasar hasta 100ml con agua destilada.
- STD medio: se coge 1 ml de STD y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada y luego de este se cogen 20 ml y se vuelve a enrasar hasta 100 ml con agua destilada.
- STD alto: se coge nuevamente 1 ml de STD y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada y luego de este se cogen 40 ml y se vuelve a enrasar hasta 100 ml con agua destilada.
- 2-propanol.
- H₂SO₄ 1N.
- Fenolftaleína.
- Triclorometano (Cloroformo).

Preparación Qcs:

Cada 3 meses hay que comprobar que los Qcs son correctos, para ello se cogen 0,05 g de SAL en 500 ml de agua matriz. Así la madre será de 100mg/L de SAL. A continuación se preparan los Qcs:

- Qc 1mg/L: 1 ml de la madre se enrasa hasta 100 ml con agua matriz.
- Qc 2mg/L: 2 ml de la madre se enrasa hasta 100 ml con agua matriz.
- Qc 5mg/L: 5 ml de la madre se enrasa hasta 100 ml con agua matriz.

Cada Qc se repite 5 veces.

A estos Qcs se les realiza el mismo procedimiento que se verá a continuación.

Procedimiento

Cada 3 meses hay que preparar una nueva curva de calibrado. Se realiza de la siguiente forma: se preparan los siguientes patrones de SAL en matraces volumétricos de 100 ml a partir de la disolución de SAL patrón de 10mg/L (**Tabla 3**).

² STD: Cuando aparezcan estas siglas me estaré refiriendo a un tipo de muestra que utiliza la empresa para realizar diversos controles específicos de calidad. Esta muestra, al igual que el Qc, se utiliza para controlar el ensayo que se esté realizando ya que se sabe la concentración que tiene desde el primer momento. Cada STD es diferente para cada determinación y como pasaba en el caso de los Qcs puede ser bajo, medio o alto en función de la concentración que lleve.

Patrones SAL (mg/L)	Vol. (ml) del patrón de SAL (10mg/L)	Vol. final (ml) de agua destilada
0	0	100
0,5	5	100
1,0	10	100
1,25	12,5	100
1,5	15	100
2,0	20	100

Tabla 3: Patrones SAL y volumen del patrón de SAL

Cada vez que se vaya a analizar una muestra se sigue este procedimiento:

Se prepara la disolución de SAL STD 1000mg/L, la disolución SAL Qc 1000mg/L y el hidróxido sódico 1 N. Y a partir de la disolución de 100mg/L, las disoluciones de Qc bajo, medio y alto, así como el STD bajo, medio y alto.

Se preparan los patrones de SAL STD en el embudo de separación de 500 ml. Se cogen 100 ml del patrón, se introducen en el embudo y se alcaliniza añadiendo 3 gotas de NaOH 1 N. Luego 2 gotas de indicador fenolftaleína. Se va a volver de color fucsia. Se elimina el color con 2 gotas de H₂SO₄ 1N.

Se añaden 10 ml de triclorometano (cloroformo) y 25 ml de azul de metileno. Se agita vigorosamente unos 30 segundos. Para evitar la formación de emulsiones se añaden 8 ml de 2-propanol (**Figura 21**).

Se separa la fase orgánica a otro embudo de 500 ml y se lava la fase acuosa del primero con 10 ml de triclorometano. Se separa la fase orgánica en el segundo y se repite el lavado 2 veces más con porciones de 10 ml de triclorometano. Si el color azul de la fase acuosa se debilita o desaparece, debe desecharse y repetirse utilizando menor volumen de muestra.

Se combinan todos los extractos de triclorometano en el segundo embudo.

A este se añaden 50 ml de disolución de lavado, se agita vigorosamente durante unos 30 segundos y se deja reposar.

Pasados unos minutos, se pasa la fase orgánica a un matraz seco de 100 ml a través de un embudo de vidrio seco con un “filtro” de lana de vidrio. Se debe obtener un filtrado claro.

Se extrae 2 veces más la disolución de lavado en el segundo embudo con porciones de 10 ml de triclorometano. Se filtra por el mismo embudo al matraz de 100 ml. Al terminar el filtrado, se enrasa a 100 ml con triclorometano. Se

mezcla bien y se mide la absorbancia en el espectrofotómetro (**Figura 12**) a 652nm. Se prepara un cero con triclorometano. Para conocer el resultado final, recurrimos a una tabla EXCEL creada previamente en el ordenador que nos va a decir la concentración que tenemos y si nuestros valores de absorbancia obtenidos son correctos o debemos repetir el procedimiento.

Se realiza el mismo proceso con todas las muestras, el Qc y la matriz de agua residual (**Figura 20**).

Al finalizar, recordar echar todo el contenido de los matraces con triclorometano en los botes preparados para su reciclaje.



Figura 20: Método determinación de detergentes

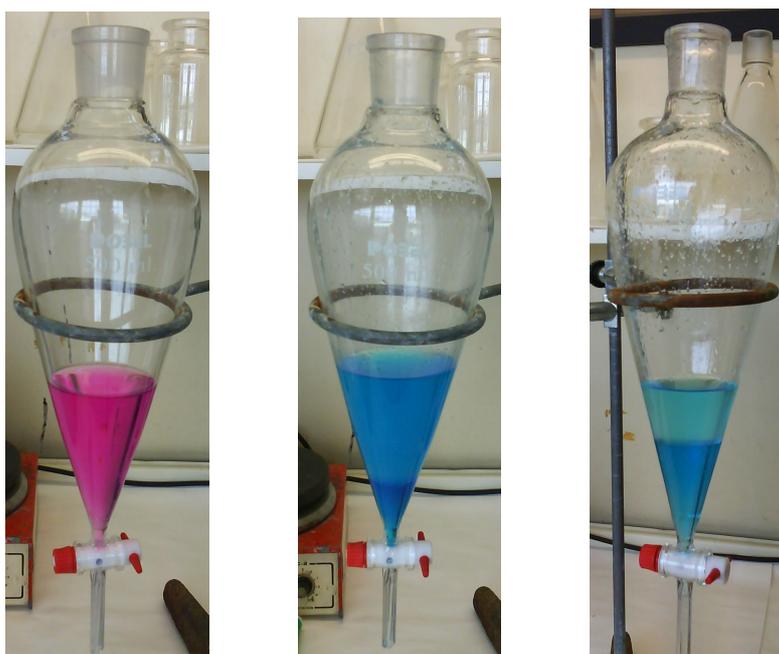


Figura 21: Fases del proceso de determinación de detergentes

3.13. Determinación de aceites y grasas por el método 5520 B.

Método de partición-gravimétrica.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de aceites y grasas en muestras acuosas.

El fundamento de la técnica se basa en que en la determinación de aceites y grasas no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica. Se determinan cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad común en un disolvente.

El aceite o la grasa disuelta o emulsionada es extraída del agua por íntimo contacto con el disolvente. Algunas grasas y ácidos grasos especialmente no saturados, extraíbles, se oxidan con rapidez; por ello se incluyen precauciones especiales con respecto a la temperatura y desplazamiento de vapor del disolvente para reducir este efecto.

Los disolventes orgánicos agitados con algunas muestras forman una emulsión que es difícil de romper.

Reactivos

- Ácido sulfúrico.
- N-hexano.
- Sulfato sódico.

Procedimiento

Se pesan los matraces de destilación de 100 ml (**Figura 22**).

A continuación se prepara el rotavapor (P selecta univeba, rotor Heidolph) (**Figura 23**) y se cogen 1000 ml de muestra (en botes de cristal en la nevera) y se pasan a un embudo de separación de 1000 ml. Se acidifica hasta pH 2 o inferior con 5 ml de ácido sulfúrico. Si no baja, otros 5 ml.

Se lava con cuidado el frasco de la muestra con 30 ml de n-hexano y se añade el lavado al embudo de separación para arrastrar toda la muestra.

Se agita vigorosamente durante 1 minuto. Se observan 2 fases. Se pasa la fase acuosa a un vaso de precipitados grande y la fase orgánica a uno pequeño.

La fase orgánica se pasa a través de un embudo con papel de filtro a un matraz de destilación, después de añadirle una pequeña cantidad de sulfato sódico para eliminar la espuma.

Se introduce la fase acuosa en el embudo de separación y se extrae 2 veces más, una limpiando la probeta y otra el vaso grande donde se encontraba dicha fase acuosa. Se pasa la fase orgánica al matraz.

Se coloca el matraz en el rotavapor (**Figura 23**) hasta que se evapore todo el líquido.

Al acabar se meten los matraces en la estufa (**Figura 14**) a 105° C, encendida previamente, durante una media hora y luego al desecador (**Figura 14**) otra media hora. Pasado este tiempo se pesan los matraces y se apunta el peso. Se meten los matraces en el desecador (**Figura 14**) otra media hora y se vuelven a pesar. Se repite el proceso hasta que el peso de los matraces se estabilice y nos quedamos con ese valor final, que será la concentración de aceites y grasas en agua.



Figura 22: Método determinación de aceites y grasas



Figura 23: Rotavapor

3.14. Determinación de fósforo disuelto por el método 4500-P

D. Método del cloruro estañoso.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de fósforo disuelto en muestras acuosas.

El fósforo se encuentra en las aguas naturales y residuales casi exclusivamente en forma de fosfatos, clasificados en ortofosfatos, fosfatos condensados piro, meta y otros polifosfatos, y los ligados orgánicamente.

En las condiciones de la reacción el fosfato reacciona con el molibdato amónico produciéndose ácido fosfomolibdico. Posteriormente la acción del cloruro estañoso lo reduce a azul de molibdeno de color intenso.

Dentro del rango de aplicación del ensayo, la intensidad de este color azul es directamente proporcional a la concentración de fosfato presente en la muestra.

Reactivos

- Preparación de la disolución patrón de fósforo de 50mg/L: se cogen 15,3 ml de STD patrón comercial de 326,3mg P-PO₄⁻³/L (en nevera) en 100 ml de agua destilada.
- Preparación Qc patrón fósforo 50mg/L: se pesan 0,1098 g de Qc patrón comercial en unos 400 ml de agua destilada y se enrasan a 500 ml de agua destilada.
- Qc alto: se cogen 20 ml de Qc patrón fósforo 50mg/L (en nevera) y se enrasan hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc medio: se cogen 10 ml de Qc patrón fósforo 50mg/l (en nevera) y se enrasan hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc bajo: se coge 1 ml de Qc patrón fósforo 50mg/L (en nevera) y se enrasan hasta 100 ml con agua destilada.

Para que quepan en la curva, el Qc alto y el medio hay que diluirlos cogiendo 15 ml en 100 ml de agua destilada el alto y 20 ml en 100 ml de agua destilada el medio.

- STD alto: se cogen 3,6 ml de patrón STD de 50mg de P-PO₄⁻³/L y se enrasan hasta 100 ml con agua destilada.
- STD medio: se cogen 2,4 ml de patrón STD de 50mg de P-PO₄⁻³/L y se enrasan hasta 100 ml con agua destilada.

- STD bajo: se coge 1 ml de patrón STD de 50mg de P-PO₄⁻³/L y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.

Procedimiento

Se preparan el Qc y el STD a partir de las matrices y según el procedimiento. Cada 3 meses hay que preparar una nueva curva de calibrado (**Tabla 4**). Se realiza de la siguiente forma: se cogen 6 matraces de 100 ml y se les añade a cada uno lo que se indica en la **tabla 4**.

Patrón (ml)	Volumen (ml)
0	0
0,25	0,5
0,5	1
1	2
1,5	3
2	4

Tabla 4: Patrón y volumen (ml)

Se enrasan los matraces con agua destilada hasta 100 ml.

Se filtra algo más de 100 ml de las muestras con filtros de 0,45µm de tamaño de poro, al igual que el Qc y el STD. El Qc y el STD se enrasan con agua destilada y las muestras con muestra.

Se añaden 4 ml de reactivo molibdato y 10 gotas, con un vasito, de reactivo cloruro estañoso. Ambos reactivos tienen que estar a temperatura ambiente. Entre cada adición agitar.

Se espera 11 minutos y se mide en el espectrofotómetro (**Figura 12**) a 690nm, obteniendo de esta forma la lectura de absorbancia a partir de la cual haciendo uso de la curva de calibrado realizada previamente por personal de la empresa se obtiene la concentración de fósforo disuelto.

3.15. Determinación de cromo VI por el método 3500-Cr B. Método colorimétrico.

Esta técnica tiene por objeto describir el método analítico para la determinación de Cr VI en muestras acuosas.

Este procedimiento mide sólo el cromo hexavalente. Este se determina colorimétricamente por una reacción con difenilcarbazida en solución ácida. Se produce un color rojo-violeta de composición desconocida. La reacción es muy

sensible, siendo la capacidad de absorción molar, basada en el cromo, de aproximadamente 40.000 L/g x cm a 540nm.

Reactivos

- Preparación disolución de difenilcarbazida: se cogen 0,2500 g de 1-5-difenilcarbazida en unos 50 ml de acetona que se deja en agitación antes de proceder a su enrasado en un matraz de 50 ml.
- Preparación de disolución de cromo de reserva (STD): se cogen 0,1414 g de dicromato potásico ($K_2Cr_2O_7$) en agua destilada hasta 100 ml.
- Ácido fosfórico.
- Difenilcarbazida.
- Preparación de disolución de cromo patrón (STD): se coge 1 ml de la disolución anterior y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Preparación de disolución Qc madre de 500mg Cr/L: se cogen 0,1414 g de dicromato potásico ($K_2Cr_2O_7$) diferente al del STD (otra marca comercial) y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.

Preparación Qcs:

- Qc patrón: se pesan 0,2500 g de difenilcarbazida y se enrasan hasta 50 ml con acetona.
- Qc alto patrón: 20 ml de Qc patrón a los que se añaden 5 gotas de ácido fosfórico. Se enrasa con agua destilada hasta 100 ml. Se mira su pH (tiene que ser 2), se añaden 2 ml de difenilcarbazida y se espera 5 minutos. Se vuelve de color rosa.
Si no nos baja el pH con el ácido fosfórico, se vuelve a repetir el proceso echando 4 gotas de ácido sulfúrico 0,2 N que se prepara con 17 ml de ácido sulfúrico 6 N y se enrasa hasta 500 ml con agua destilada. Luego se añaden 5 gotas de ácido fosfórico, se enrasa y se mide su pH (tiene que ser 2). Se añaden 2 ml de difenilcarbazida y se espera 5 minutos. Se vuelve de color rosa.
- Qc medio patrón: 10 ml de Qc patrón a los que se añaden 5 gotas de ácido fosfórico y 3 gotas de ácido sulfúrico. Se realiza el mismo proceso que en el caso anterior.
- Qc bajo patrón: 2 ml de Qc patrón a los que se añaden 5 gotas de ácido fosfórico y 2 gotas de ácido sulfúrico. Se realiza el mismo proceso que en los

casos anteriores, pero solo se añaden 1,2 ml de difenilcarbazida en lugar de 2ml.

- Qc alto: se cogen 16 ml de Qc alto patrón y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc medio: se cogen 8 ml de Qc medio patrón y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Qc bajo: se cogen 4 ml de Qc bajo patrón y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- Disolución de cromo patrón (STD) alto: se cogen 16 ml de solución de cromo de reserva y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- STD medio: se cogen 8 ml de solución de cromo de reserva y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.
- STD bajo: se cogen 4 ml de solución de cromo de reserva y se enrasa hasta 100 ml con agua destilada.

Procedimiento

Cada 3 meses hay que preparar una nueva curva de calibrado (**Tabla 5**) (**Figura 24**). El calibrado se realiza preparando los patrones indicados en la **tabla 5**.

Patrón CrVI (g/L)	Volumen (ml) del patrón de CrVI	Volumen (ml) final
0	0	100
0,01	2	100
0,02	4	100
0,04	8	100
0,08	16	100
0,1	20	100

Tabla 5: Patrón, volumen del patrón (ml) y volumen final

Se añade el volumen del patrón de CrVI a vasos de 100 ml y agua destilada hasta unos 80 ml. Con el pH-metro (**Figura 10**), se ajusta el pH a 2 añadiendo 5 gotas de ácido fosfórico (0,25 ml) y se enrasa en los matraces de 100 ml con agua destilada. A estos se les añaden 2 ml de disolución de difenilcarbazida, se mezcla y se deja reposar durante 10 minutos (entre 5 y 10). Transcurridos los 10 minutos, se mide la absorbancia de la muestra en el espectrofotómetro (**Figura 12**) a 540nm, haciendo un blanco con agua destilada, y se calcula su concentración haciendo uso de la recta de calibrado.

Se preparan las muestras, en algunos casos será necesario filtrar algo más de 100 ml de las muestras mediante un filtro de 0,45µm de tamaño de poro. En otros, se hará una dilución, cogiendo 2 ml de cada una en 100 ml de agua residual de la muestra.

Se introducen en vasos de precipitados y se ajusta el pH a 2 con 5 gotas de ácido fosfórico (0,25 ml) en agitación.

Se pasan los patrones a matraces de 100 ml y se enrasan con agua destilada. Lo mismo se hace con las muestras, que se enrasan en matraces de 100 ml con agua residual de la muestra.

Se añaden 2 ml de la disolución de difenilcarbazida, se mezcla y se deja reposar unos 7 minutos (entre 5 y 10). Lo normal es que adquieran color rosa.

Pasado este tiempo, se mide la absorbancia a 540nm en el espectrofotómetro (**Figura 12**), se prepara un blanco con agua destilada y se obtiene de esta forma la lectura de absorbancia a partir de la cual haciendo uso de la recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa, se obtiene la concentración de cromo VI.



Figura 24: Patrones de Cr VI empleados para la recta de calibrado

3.16. Determinación de nitrógeno total por el test en cubetas (MERCK).

La determinación de nitrógeno total por este test no está acreditada por ENAC pero ha dado unos resultados excelentes.

El método en el que se basa es el siguiente: Los compuestos orgánicos e inorgánicos de nitrógeno se transforman en nitratos por el método de Koroleff por tratamiento con un oxidante en un termorreactor. En ácido sulfúrico

concentrado, con un derivado del ácido benzoico (Nitrospectral), los nitratos forman un nitrocompuesto rojo intenso que se mide fotométricamente.

Este procedimiento se realiza mediante un test comercial para la determinación de nitrógeno total.

Reactivos

- N-1K.
- N-2K.
- N-3K.

Procedimiento

Antes de empezar, se enciende la estufa de aire (Trade raypa, Drying oven digit) (**Figura 25**) para que vaya alcanzando la temperatura requerida.

Se cogen 10 ml de cada muestra y se introducen en tubos grandes de cristal.

Se añade 1 cucharadita de N-1K a cada tubo, se cierran, se agitan y se les añaden 6 gotas de N-2K.

Se cierran los tubos con teflón y se agitan.

Se meten los tubos en la estufa de aire (**Figura 25**) durante 1 hora a 120° C.

Pasado este tiempo, se sacan y se dejan enfriar al aire.

En los tubos del test se introduce 1 cucharadita de N-3K y se agita fuerte durante 1 minuto.

Luego se añaden 1,5 ml de los tubos grandes de cristal en los del test y se agitan levemente antes de dejarlos reposar durante 10 minutos.

Cumplido el tiempo, se lee en el espectrofotómetro (**Figura 12**) a 517nm haciendo un cero con un tubo vacío y un blanco con un tubo con agua destilada. Se obtiene de esta forma la lectura de absorbancia para cada muestra y posteriormente para el cálculo de la concentración se hace uso de una recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa.



Figura 25: Estufa de aire

3.17. Determinación de la turbidez.

Esta determinación se realiza en muestras acuosas y puede ser un indicativo de contaminación del agua, ya que puede implicar la existencia de sustancias o microorganismos que provoquen algún daño sobre la salud.

Se coge el turbidímetro portátil (TN-100, de luz infrarroja) (**Figura 26**) y se calibra con el tubo de 800.

Se llenan los tubos que trae el turbidímetro con las muestras agitadas previamente. Se voltea 3 veces, se limpia el tubo por fuera y se mide en el equipo. Se realizan 2 réplicas de cada muestra o en caso de dar resultados diferentes, 3.



Figura 26: Turbidímetro portátil.

3.18. Determinación de pH por el método 4500-H⁺ B. Método electrométrico, determinación de la conductividad por el método 2510 B. Método de laboratorio y determinación de la temperatura por el método 2550 B. Métodos de laboratorio y de campo.

Se cogen las muestras y se les lee el pH y la temperatura con el pH-metro (**Figura 10**) y la conductividad con el conductivímetro (**Figura 11**).

Si las muestras son sólidas, se les añade agua destilada, se agita bien y se deja reposar durante un día antes de medirles dichos valores.

Después de la medición, se filtra con papel de filtro y se vuelve a leer el pH, la conductividad y la temperatura.

3.19. Determinación de aluminio.

Esta determinación sigue un método, no acreditado por ENAC, que nos dice que en solución débilmente ácida amortiguada con acetato los iones aluminio forman con cromazurol S un compuesto violeta azulado que se determina fotométricamente. Este procedimiento es análogo a DIN ISO 10566 E30.

Reactivos

- Al-1.
- Al-2.
- Al-3.

Procedimiento

Proceso que se realiza con un test comercial específico para la determinación de aluminio.

Se coge un tubo y se añaden 5 ml de cada muestra en cada tubo.

Se añade una microcucharada del reactivo Al-1 y se agita vigorosamente hasta que el reactivo se disuelva por completo.

Se echan 1,2 ml de Al-2 y se mezcla por inversión.

Por último se añaden 0,25 ml de Al-3 y se mezcla por inversión.

Se deja reposar durante 2 minutos y se mide en el espectrofotómetro (**Figura 12**) a 535nm. Nos da la absorbancia y luego, nuevamente, para calcular la concentración, se hace uso de una recta de calibrado realizada previamente por personal de la empresa.

4. Otros trabajos realizados en el laboratorio:

Además de las técnicas propiamente dichas, en el laboratorio se realizan otras muchas tareas no menos importantes:

4.1. Otras técnicas y trabajos:

- Cambio de filtros del proyecto Mossclone cada día en una estación meteorológica situada en las inmediaciones de la Torre de Hércules. Este es un proyecto a nivel europeo que consiste, de manera abreviada, en la observación de la calidad del aire de diversas ciudades mediante filtros y musgos que recogen el particulado en suspensión de varias zonas de una ciudad, unas más contaminadas y otras con un aire más limpio. Una vez terminado un plazo del

proyecto, se recogen los filtros y todo el material del lugar y se lleva al IUMA (Instituto Universitario de Medio Ambiente). Allí se pesan y se preparan (pesan y se colocan en bolsas herméticas y estériles) otros nuevos para llevarlos posteriormente a Ferroatlántica donde se volverá a ir cada día a cambiar los filtros hasta que termine el siguiente plazo del proyecto.

- Toma de fotografías en distintos lugares concretos para la posterior realización de un estudio de impacto ambiental.

- Determinación de sólidos sedimentables. Es un proceso simple, se coge 1 litro de muestra, se introduce en el cono imhoff y se deja reposar durante 45 minutos. Luego se mira lo que sedimentó (por debajo de 0,5 no damos dato).

4.2. Calibración y verificación de equipos instrumentales del laboratorio:

- Calibración de las balanzas (analítica y de precisión) utilizando distintos pesos y siguiendo los procedimientos de calibración.

- Calibración de buretas y micropipetas con una serie de medidas siguiendo los procedimientos de calibración. Para la micropipeta de 1000µl se realizan 4 medidas. Además, se mide la temperatura del agua con el termómetro.

- Calibración de los pH-metros manuales, tanto valores de pHs como valores de temperaturas siguiendo una serie de pasos de valores de pH y temperatura que hay que alcanzar según lo que nos marca el procedimiento de calibración.

- Calibración del termómetro de 4 canales haciendo 5 lecturas cada 15 minutos y apuntando las temperaturas que marcan las 4 sondas y la del termómetro patrón. Las 4 sondas y el termómetro patrón deben estar juntos.

- Verificación de la balanza de precisión (**Figura 8**), la inalámbrica y el oxímetro (**Figura 27**). Este proceso se debe realizar cada mes, al contrario que las calibraciones, que son cada 3 meses y con una serie de pesas distintas.

- Calibración del oxímetro (CRISON oxi45) (**Figura 27**) midiendo primero en unos 100 ml de agua destilada que estuvieron unos 10 minutos aireando y luego en 100 ml de agua destilada a los que se añaden 9 g de sulfito sódico anhidro (Na_2SO_3) de calidad “para análisis” y trazas (una cucharadita) de cloruro de cobalto (CoCl_2) de calidad “para análisis”. En agitación y cuando esté casi todo disuelto se mide. Este aparato estaba estropeado, sin calibrar, dio valores bajos en el agua aireada (5,3) cuando tenía que dar sobre 8,9-9,3. En agua concentrada dio bien: 0,5.



Figura 27: Oxímetro

- Calibración del conductímetro (**Figura 11**) y del digestor (P selecta RAT 2, Bloc digest 6) (**Figura 28**) según el procedimiento.



Figura 28: Digestor

4.3. Mantenimiento y día a día en el laboratorio:

- Dar entrada y rotular todas las muestras que llegan por diferentes medios al laboratorio y preparar otras que se vayan a enviar a distintos sitios para realizarles análisis que no se llevan a cabo en el laboratorio.
- Reemplazamiento de los papeles de filtro de las mesas del laboratorio cuando se vean sucios, rotos o en mal estado.
- Embalaje de reactivos usados en cajas para su entrega a una persona o empresa especializada en el reciclaje de residuos peligrosos.
- Limpieza del destilador. Quitando las partes que son desmontables para su mejor limpieza y pasando agua destilada por los tubos según el procedimiento.
- Preparación de neveras, cajas con botes y aparatos para los muestreos que se realicen.
- Lavado de botes usados en el lavavajillas. Cuando estén limpios, recoger los botes, pasarles agua del grifo y agua destilada y dejar escurrir. Una vez secos, colocarlos para su reutilización. En caso de que algún bote esté deteriorado, sucio o no se le pueda sacar la etiqueta, desechar.

5. Relación de los problemas planteados y el procedimiento seguido para su resolución:

Por lo que respecta a los problemas que han surgido durante mi período de prácticas en Tecnoambiente, he de decir, que han sido pocos y de carácter poco importante.

Hubo un par de problemas con el aparato destilador. Este incorpora de fábrica varias alarmas cuando no está funcionando con normalidad y sonaron 2 de esas alarmas. La primera fue porque no estaba bien cerrada la pantalla de seguridad y se solucionó deteniendo el aparato y cerrándola correctamente. La otra alarma que sonó fue debido a que no le llegaba un caudal suficiente al

equipo y por ello no podía llevarse a cabo el procedimiento por completo. Se solucionó cerrando el resto de grifos para que todo el caudal del laboratorio estuviera dedicado íntegramente al destilador.

Otro problema que surgió durante las prácticas fue la rotura de la máquina de destilar el agua. Aparte de encharcar y ensuciar todo el laboratorio, a partir de entonces tuvimos que comprar garrafas de agua destilada con la consiguiente pérdida de tiempo y de dinero.

También hubo un problema con 2 de las microburetas, a las cuales les entró suciedad y se obturaron, por lo que tuvimos que proceder a su vaciado y a su limpieza con un alambre muy fino.

Y el último problema, y diría que el más común, fue la entrada de agua en la bomba que crea vacío durante la filtración. Este agua entraba en ella absorbiéndola por la goma cuando se llenaba el matraz de filtrado. Para expulsarla de su interior teníamos que apagar la bomba y volver a encenderla en sentido inverso, es decir, en lugar de absorber, expulsar, hasta que saliera todo el agua de su interior.

6. Conclusiones:

Durante mis prácticas en Tecnoambiente he sacado 4 conclusiones principalmente:

- 1) Que en las pequeñas y medianas empresas privadas, aunque dependan de una empresa más grande y globalizada, se vive, por decirlo de alguna manera, al día. Tienes que trabajar duro y sin descanso para poder mantener a flote la empresa.
- 2) Que los estudios que he realizado, tanto la licenciatura como el master, están dando sus frutos y empiezo a darme cuenta que lo que he hecho durante los últimos 6 o 7 años me está sirviendo y me servirá en un futuro para poder entrar con una muy buena base en el mercado laboral.
- 3) Que trabajar con otra persona al lado te ayuda a aprender y a darte cuenta de tus propios errores. Además, ver los errores de la otra persona te ayuda también a mejorar. Y a mayores, puedes aprender de ella o ella de ti y realizar los trabajos de manera más eficiente, rápida y fiable.

- 4) Que en una empresa, tanto pequeña como grande, si no trabajan todos unidos y remando hacia la misma orilla, esa empresa está abocada al fracaso. Es necesaria la colaboración y el entendimiento de todos, desde el jefe/presidente, pasando por los doctores, los licenciados, los diplomados, los secretarios, los de FP, hasta los becarios o la gente en prácticas. Si una empresa encuentra esa unión entre sus empleados triunfará.

7. Valoración de las tareas desarrolladas con los conocimientos y competencias adquiridos en relación con los estudios universitarios. Identificación de las aportaciones que, en materia de aprendizaje, ha supuesto la realización de las prácticas:

Como dije en una de mis conclusiones anteriores, cada día más, los estudios que he cursado de licenciado en Biología y del master de Ciencia, tecnología y gestión ambiental, me han ayudado a poder realizar de forma correcta todas o casi todas las tareas que se me han encomendado durante las prácticas. He realizado métodos que hasta entonces solo había visto de manera teórica, por lo que ahora, una vez hechos los procedimientos personalmente, tengo los dos puntos de vista, el teórico y el práctico.

Y como todo en esta vida, la práctica y la experiencia es un grado y lo que los primeros días me costaba y tenía que aprender, a medida que pasaba el tiempo y tenía que repetir alguna técnica ya casi la realizaba de memoria y sin ninguna duda.

Aprendí a utilizar equipos instrumentales que hasta ahora no había visto y cuyos conocimientos me pueden ser útiles en un futuro próximo, en especial, aprender a manejar correctamente el espectrofotómetro de absorción atómica, el analizador Microtox y el destilador.

El primer día tenía “miedo” de tocar cualquier botón o interruptor que no fuera el correcto y estropear el aparato, pero a medida que los usaba iba familiarizándome con ellos y aprendiendo más y más cada día.

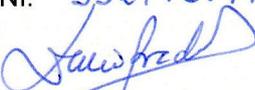
Además, he tenido la oportunidad de utilizar diferentes reactivos que hasta ahora no había manejado y aprender a darles un buen uso siempre con el máximo cuidado y protección.

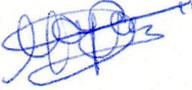
En cuanto a lo que aprendí durante las prácticas, ha sido muchísimo. Aprendí, pero sobre todo, cogí experiencia día tras día y tengo la impresión de que fue el complemento perfecto a todo lo que he estudiado en los últimos años.

Por todo lo que aprendí y por lo que me pueden servir en mi futuro profesional junto con mis estudios universitarios, mi valoración de las prácticas es muy positiva.

8. Hoja de conformidad

Este apartado está dedicado a declarar la conformidad tanto por el autor de la memoria, como la de los tutores de la entidad y la universidad. Por ello por una parte el tutor de la empresa con su firma consta que ha revisado dicha memoria y que está de acuerdo con lo expuesto en este documento, así como con la preservación de la ley de protección de datos según la **Ley Orgánica 15/1999, de 13 de diciembre**, publicada en «BOE» núm. 298, de 14/12/1999. Por otra parte los tutores de la universidad con sus firmas hacen constar que han revisado la memoria y que el alumno Roberto Gil Garrote está preparado para defender su Trabajo Fin de Máster. Para que conste:

Darío Prada Rodríguez
 - Catedrático de la UDC del departamento de Química Analítica
 - Tutor en la UDC
 Con DNI: 35219607Y
 Firma: 
 Fecha: 1-09-2014

María Paz Gómez Carracedo
 - Personal Investigador Postdoc (Plan I2C)
 - Tutor en la UDC
 Con DNI: 32826644-D
 Firma: 
 Fecha: 1-09-2014

María del Carmen Villa Lojo
 - Jefe de departamento
 - Tutor en la empresa Tecnoambiente
 Con DNI: 34.890396V
 Firma: 
 Fecha: 1-09-2014

Roberto Gil Garrote
 - Autor de la memoria
 - Alumno de la UDC
 Con DNI: 47385288-K
 Firma: 
 Fecha: 1-09-2014