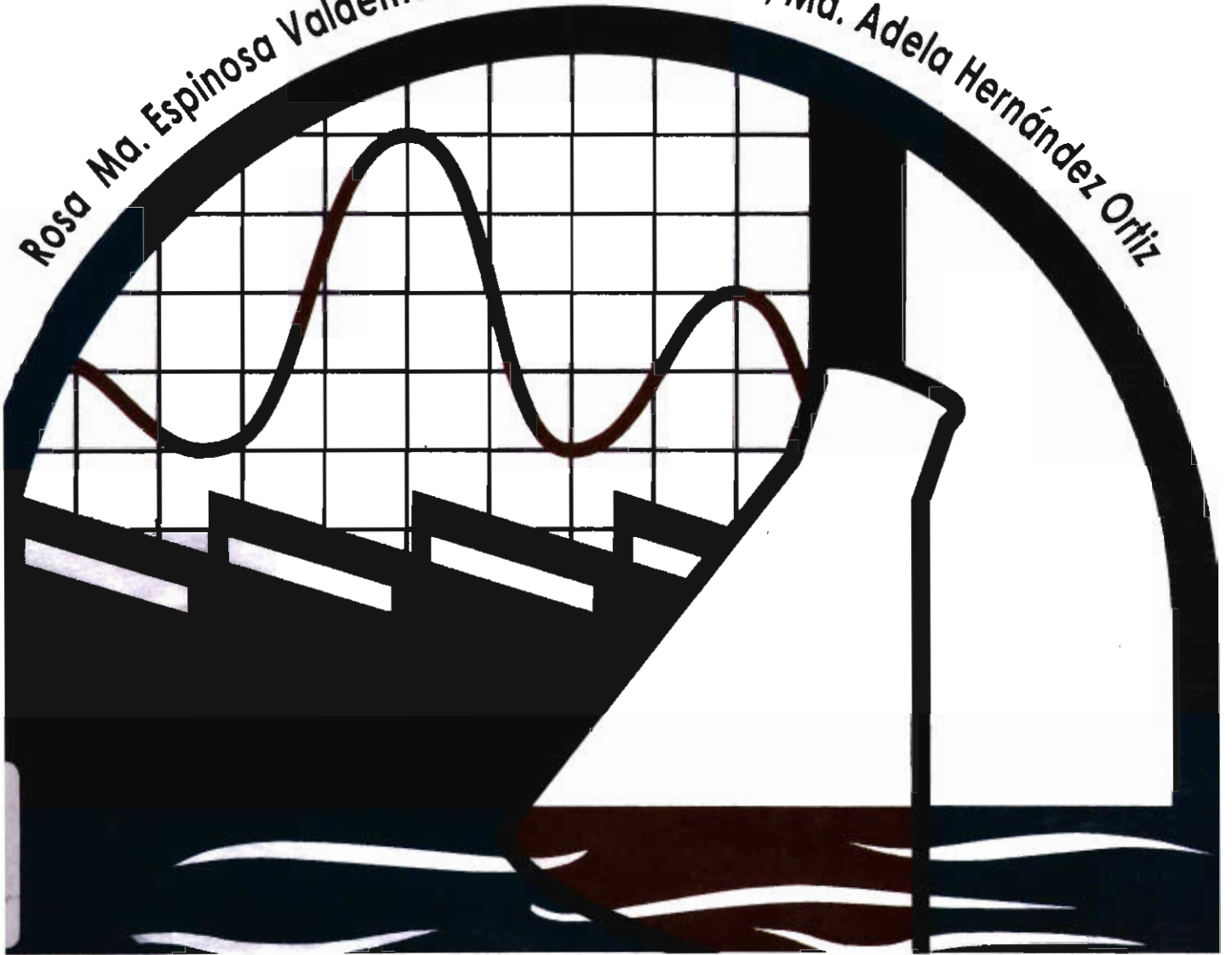


1077

Metodologías para Evaluar la Calidad del agua

2006

Rosa Ma. Espinosa Valdemar, Irma Delfín Alcalá, Ma. Adela Hernández Ortiz



Metodologías para Evaluar la Calidad del agua

2006

Metodologías para Evaluar la Calidad del agua

Este material fue dictaminado y aprobado para su publicación por el Consejo Editorial de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería de la Unidad Azcapotzalco de la UAM, en su sesión del día 19 de marzo de 1999.

Metodologías para Evaluar la Calidad del agua

2006

Rosa Ma. Espinosa Valdemar
Irma Delfín Alcalá
Ma. Adela Hernández Ortiz



UNIVERSIDAD
AUTÓNOMA
METROPOLITANA
Casa abierta al tiempo  **Azcapotzalco**

División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Departamento de Energía

UAM-AZCAPOTZALCO

RECTOR

Dr. Adrián Gerardo de Garay Sánchez

SECRETARIA

Dra. Sylvie Jeanne Turpin Marion

COORDINADORA GENERAL DE DESARROLLO ACADÉMICO

Dra. Norma Rondero López

COORDINADOR DE EXTENSIÓN UNIVERSITARIA

Dr. Jorge Armando Morales Aceves

JEFE DE LA SECCIÓN DE PRODUCCIÓN Y DISTRIBUCIÓN EDITORIALES

DCG Edgar Barbosa Álvarez Lerín

ISBN: 970-31-0567-X

© UAM-Azcapotzalco

Rosa Ma. Espinosa Valdemar

Irma Delfín Alcoló

Ma. Adela Hernández Ortiz

Corrección:

Rosendo García Leyva

Diseño de Portada:

Modesto Serrano Ramírez

Sección de producción
y distribución editoriales
Tel. 5318-9222 / 9223
Fax 5318-9222

Universidad Autónoma Metropolitana
Unidad Azcapotzalco
Av. San Pablo 180
Col. Reynosa Tamaulipas
Delegación Azcapotzalco
C.P. 02200
México, D.F.

*Metodologías para evaluar
la calidad del agua*

1a. edición, 2006

Impreso en México

<p>▪ Sesión 1</p>	<p>12</p> <p>17</p>	<p>Presentación y Organización del taller</p> <p>Normas de Seguridad en el Laboratorio</p>
<p>▪ Sesión 2</p>	<p>25</p> <p>3</p>	<p>Muestreo y Conservación de Muestras</p> <p>Cálculo y Preparación de Reactivos</p>
<p>▪ Sesión 4</p>	<p>37</p> <p>45</p> <p>49</p>	<p>Muestreo</p> <p>Conductividad Específica</p> <p>Turbiedad</p>
<p>▪ Sesión 5</p>	<p>57</p> <p>63</p>	<p>Sólidos</p> <p>Alcalinidad Total</p>
<p>▪ Sesión 6</p>	<p>73</p> <p>81</p> <p>87</p>	<p>Dureza</p> <p>Cloruros</p> <p>Sulfatos y Sulfuros</p>
<p>▪ Sesión 7</p>	<p>95</p>	<p>Grasas y Aceites</p>
<p>▪ Sesión 8</p>	<p>107</p> <p>115</p>	<p>Oxígeno Disuelto</p> <p>Hierro</p>
<p>▪ Sesión 9</p>	<p>123</p>	<p>Cromo Hexavalente</p>
<p>▪ Sesión 10</p>	<p>131</p>	<p>Sustancias Activas al Azul de Metileno (SAAM)</p>
<p>▪ Sesión 11</p>	<p>141</p>	<p>Fósforo</p> <p>Primera evaluación</p>

Í N D I C E

▪ <i>Sesión 12</i>	151	Nitratos
	157	Nitritos
▪ <i>Sesión 13</i>	165	Nitrógeno Amoniacal
▪ <i>Sesión 14</i>	173	Nitrógeno Orgánico
▪ <i>Sesión 15</i>	181	Demanda Química de Oxígeno (DBO)
▪ <i>Sesión 16</i>	191	Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)
▪ <i>Sesión 17</i> 18	199	Coliformes Fecales por Filtración de Membrana
▪ <i>Sesión 19</i> 20		Elaboración del Reporte Final
		Segunda Evaluación
▪ <i>Sesión 21</i>		Evaluación Final

INTRODUCCIÓN

En este manual se describen las metodologías para llevar a cabo las determinaciones analíticas de los principales parámetros que permiten evaluar la calidad del agua. En cada práctica se considera, de manera general, el fundamento de la técnica, el objetivo, el equipo y los reactivos y su preparación. Se describe la metodología de trabajo.

Aunque en esta versión se incluyen los fundamentos teóricos de las técnicas, es importante aclarar que esta información debe ser complementarla con las lecturas correspondientes y además se deben revisar las interferencias de las pruebas analíticas.

Al final de cada práctica el alumno encontrará una hoja en blanco para que realice el diagrama experimental de la práctica, previo a su trabajo en el laboratorio. Este diagrama es un apoyo que le permitirá resolver dudas y realizar las operaciones descritas con plena seguridad de lo que está haciendo.

A continuación se presenta una posible organización del taller y se revisan conceptos básicos de seguridad en el laboratorio.

Posteriormente aparecen descritas en detalle las técnicas analíticas propuestas, que cubren el contenido del programa de la u.e.a. "Taller I de Ingeniería Ambiental". Las técnicas se basan en la legislación mexicana vigente, aunque algunas han sido modificadas de acuerdo con estándares internacionales, con el fin de hacerlas más didácticas o menos contaminantes.



NOTAS

A series of horizontal lines for taking notes, starting from the 'NOTAS' header and extending down the page.



PRESENTACIÓN

El Taller I de la licenciatura de Ingeniería Ambiental tiene como objetivo: aplicar los conocimientos teórico-prácticos aprendidos previamente, para identificar sustancias presentes y formular diagnósticos sobre la calidad de muestras de aguas residuales. Lo anterior se hace a través de actividades de campo y laboratorio, es decir la realización de técnicas de análisis de calidad del agua.

Hace 15 años, en enero de 1987, se publicó la primera versión de un manual de apoyo para este taller "Metodologías para evaluar la calidad del agua". El manual fue reeditado en 1989 y en 1994.

En 1996 se modificó el plan de estudios de la carrera de Ingeniería Ambiental, aunque el programa de Taller I sólo tuvo pequeños cambios, se realizaron algunas modificaciones en el contenido del manual para ajustarlo a las necesidades de un Ingeniero Ambiental encargado de la determinación de la calidad del agua, con base en la normatividad vigente en aquel momento.

En 2002 hubo una nueva adecuación del plan de estudios, que en el caso de Taller I se tradujo en la reducción del número de créditos, con la consecuente reducción en el tiempo de dedicación, que disminuyó de 9 a 6 horas semanales.

Tomando en cuenta esta reducción de horas de trabajo en el laboratorio y la creciente preocupación por reducir la generación de residuos contaminantes y el ahorro en tiempo y reactivos, se montaron y ensayaron nuevas prácticas (microescala) utilizando técnicas que cumplían esos requisitos sin afectar la confiabilidad de los resultados.

Es en este tenor y considerando lo antes mencionado que presentamos este nuevo texto de apoyo, en que se conservan los fundamentos del análisis correspondiente y los cambios en la normatividad, como una herramienta fundamental para los estudiantes del Taller I de Ingeniería Ambiental.

En esta nueva versión recuperamos parte del contenido del manual original que lo antecedió "Metodologías para la evaluación de la calidad del agua", corregimos los errores y la redacción de los textos para hacer más claras las metodologías. Modificamos el capítulo de organización del taller, revisamos y complementamos el de normas de seguridad e incluimos nuevas prácticas. En este nuevo manual hay dos aportes importantes: 1) aparecen los fundamentos teóricos en cada una de las prácticas, con lo que se cubre una carencia de las versiones anteriores y 2) se incluyen algunas prácticas en microescala.

Es nuestro interés que los estudiantes de esta u.e.a encuentren en este manual un apoyo importante para el buen desarrollo de su trabajo experimental y de campo en el ámbito de la calidad del agua. Esperamos que nos hagan llegar sus sugerencias y comentarios que permitan mantener este texto como un material de apoyo adecuado a las necesidades de nuestros alumnos.

Rosa Ma. Espinosa Valdemar

Irma Delfín Alcalá

Ma. Adela Hernández Ortiz



ORGANIZACIÓN DEL TALLER

En el taller las sesiones inician con la discusión de los conceptos teóricos de la determinación, así como de los problemas prácticos que puedan presentarse en el transcurso de la experimentación.

Es un requisito que el alumno, antes de la realización de la práctica, estudie los principios básicos de la misma, lea el procedimiento, realice un diagrama de flujo de la práctica y conteste un cuestionario preparado por el profesor.

Se requiere que todos los alumnos empleen siempre una bata de manga larga y que lleven una bitácora ordenada, en una libreta de uso exclusivo para el taller.

La bitácora debe contener: fecha del análisis, características de la muestra, tales como volumen, dilución, aspecto, temperatura, pH y color. En las técnicas gravimétricas se debe tener el registro de los pesos del material a peso constante. En las técnicas volumétricas se deben anotar los cambios de color en la muestra, el volumen gastado en la titulación, los vires de color durante la titulación. En las técnicas colorimétricas se deben incluir las gráficas de las curvas de calibración, las ecuaciones para los cálculos. En general, se deben incluir todos los datos y observaciones que se obtengan durante las prácticas.

El taller está diseñado para que los alumnos trabajen en equipo, se considera que un equipo de 3 estudiantes funciona adecuadamente.

Los estudiantes deben tramitar su credencial de laboratorio para tener derecho al préstamo de material. El material y equipo se presta por equipo, por lo que todos los integrantes del equipo deben entregar su credencial, al solicitarlo.

Al inicio del trimestre se entregará a cada equipo un lote de material de laboratorio básico para que los alumnos lo conserven durante el curso y lo entreguen al final del mismo. En dicho lote no está incluido todo lo que requieren por lo que tendrán que ir solicitando lo que falte de acuerdo con sus necesidades. El material necesario con el que deben contar ya sea personal o por equipo para el taller es el siguiente:

Material de uso personal:

- Bata
- Guantes
- Pinzas de disección

Material por equipo:

- Bitácora
- Candado con llave
- Detergente
- Franela para limpiar
- Toallas de papel absorbente
- Jabón de tocador
- Algodón
- Gasa
- Etiquetas



Cuando una práctica requiera de cálculos preliminares, tal como la estimación de la cantidad de reactivos, el equipo los realizará bajo la supervisión del profesor o de su ayudante. De igual forma, éste debe asegurarse de que los alumnos comprendan el procedimiento y el uso del equipo pertinente, para prevenir su uso inadecuado que pudiera conducir a daños en el equipo y errores en la práctica.

Cada equipo tiene la obligación de reportar sus resultados y mantener su bitácora en orden, se recomienda que las muestras que se analicen incluyan al menos, una común a todos los equipos (que provenga de la misma fuente), para que al término del taller se efectúe una evaluación global de la calidad de dicha agua.

Si el grupo de alumnos es numeroso se deben programar prácticas simultáneas, es decir, en una misma sesión de taller se montan dos o tres técnicas diferentes y en la siguiente sesión se alternan los equipos.

En la primera sesión se hará entrega y comentará el reglamento del laboratorio, para que todos los alumnos estén enterados de sus responsabilidades.

La limpieza del material y del área de trabajo en el laboratorio, es una tarea asignada a los miembros del equipo, por lo que debe haber un compromiso por parte de éstos para mantener limpio su lugar de trabajo.

Las instalaciones de que se dispone en el laboratorio no son apropiadas para realizar la práctica de coliformes por lo que, como alternativa, se sugiere llevar a cabo una visita a algún laboratorio (particular o gubernamental) en que este ensayo se realice rutinariamente. La práctica de identificación de coliformes, coliformes fecales y la cuenta de coliformes totales se realiza de manera rutinaria en la u.e.a. "Laboratorio de microbiología".

La parte final del laboratorio considera la elaboración de un reporte, el cual tiene como objetivo que el alumno realice un ensayo de lo que será su práctica profesional. Se pide que el reporte incluya un diagnóstico de la calidad del agua analizada a lo largo del trimestre y las alternativas de tratamiento. Esto bajo un formato sencillo y claro que se asemeje a los formatos de informe de evaluación realizados por despachos especializados profesionales.

NORMAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Los lineamientos siguientes tienen como propósito evitar riesgos a los estudiantes, ayudar a mantener el buen estado del equipo y facilitar el trabajo de laboratorio. Para ello es indispensable que el estudiante lea y analice los contenidos del reglamento de laboratorio.

- Leer cuidadosamente y razonar las instrucciones para el desarrollo de cada experimento, antes de realizarlo en el laboratorio. Actuar una vez que se sabe lo que se tiene que hacer.
- Poner atención a las indicaciones del profesor y a las del manual de laboratorio, respecto al cuidado y manejo de los reactivos que se emplean en cada uno de los experimentos.
- Antes de empezar a trabajar, confirmar la disponibilidad de agua, luz y gas en la mesa. Asegurarse de que las llaves de agua y gas queden cerradas al desmontar su equipo.
- Abstenerse de fumar, jugar e ingerir alimentos en el laboratorio.
- Utilizar siempre bata y, cuando sea necesario, guantes y lentes de protección lateral.
- Mantener limpios el área de trabajo, los aparatos y el equipo.
- Cerciorarse de que se cuenta con los reactivos requeridos y poner atención a las indicaciones de riesgo que aparecen en la etiqueta. Si un reactivo está por agotarse dar aviso al encargado.
- No utilizar reactivos que carezcan de etiqueta. Al preparar una solución, etiquetar de inmediato el frasco, anotando la fecha de preparación. Emplear etiquetas y rotular todos los recipientes, tanto de uso temporal (matraces, vasos de precipitados, etc.) como de uso permanente (frascos de reactivo).
- Utilizar la campana de extracción al trabajar con sustancias que desprendan vapores.
- No colocar ninguna sustancia directamente sobre el platillo de la balanza, utilizar una charola de papel aluminio o un vidrio de reloj. Manipular los sólidos con una espátula.
- Medir los reactivos líquidos conforme a las condiciones que especifique la técnica.
- Al preparar soluciones con ácido sulfúrico, verter siempre **EL ÁCIDO SOBRE EL AGUA** (nunca le des de beber al ácido), para evitar que la solución se caliente hasta el punto de ebullición y salpique al operador.
- No calentar directamente cristalizadores, vidrios de reloj, probetas, pipetas, buretas o matraces aforados, para evitar que se estrellen ya que no son de vidrio resistente al calentamiento.



- Neutralizar los ácidos y las bases fuertes, antes de desecharlos. Verter en la tarja lentamente el material que se desee eliminar. Si se van a desechar varias sustancias, hacerlo de una en una, dejando correr el agua para espaciarlas y evitar que reaccionen entre sí.
- Depositar los residuos sólidos en los botes de basura, excepto aquellos que requieran de un tratamiento previo.
- Depositar los residuos líquidos en los recipientes destinados al efecto.
- No utilizar flamas abiertas (mecheros) cuando alguno de los alumnos esté trabajando con materiales inflamables como éter, benceno, acetona o alcohol. En caso de ocurrir un incendio pequeño, éste puede sofocarse con la bata o con una toalla húmeda, pero si el fuego es mayor se debe utilizar un extintor y cubrir los residuos líquidos con arena.
- Solicitar el apoyo del profesor o del técnico, si no se está seguro del manejo de un instrumento,
- Comunicar de inmediato al profesor o al técnico CUALQUIER ACCIDENTE, por trivial que parezca.
- Preparar con antelación cada experimento. De esta forma podrán prevenirse situaciones que requieren alguna precaución especial para evitar accidentes.
- Limpieza final: al término de la práctica, el lugar de trabajo y el material deberán quedar impecables.
- Derrames: Algunos instrumentos contienen mercurio, metal líquido volátil que se evapora lentamente a temperatura ambiente. Los vapores de mercurio son venenosos. Cuando se derrame mercurio, llamar de inmediato al instructor y empezar la limpieza. Todas las gotas deben ser localizadas y recogidas (una jeringa es un instrumento muy útil en estos casos).
- Derrames de ácidos y de bases: Lavar con abundante agua y secar el área.
- Derrames de agua contaminada: las aguas negras contienen microorganismos patógenos. Por pequeño que sea el derrame (aún unas cuantas gotas), lavar el área con desinfectante (pinesol, alcohol, cloro, etc.). Siempre habrá que limpiar, al final de la jornada, toda la superficie de la mesa en que se haya trabajado con aguas negras o lodos activados.
- Limpieza: El material que se utiliza en el laboratorio es de vidrio pyrex, que requiere de una limpieza adecuada. La primera recomendación es lavar el material inmediatamente después de usarlo, ya que si se permite que el material de vidrio sucio se seque, su limpieza se dificulta considerablemente.



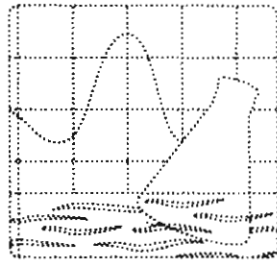
- Normalmente, es suficiente un lavado con jabón y escobillón para matraces, probetas y vasos de precipitados. Hay que enjuagar exhaustivamente con agua de la llave y posteriormente con agua destilada. Si la capa de agua tiende a separarse del vidrio, dejando la superficie seca, ello indica que el material no está limpio y habrá que tallarlo y repetir la operación.
- Los residuos orgánicos persistentes podrán limpiarse con mezcla crómica. La mezcla crómica consiste en una solución de ácido sulfúrico concentrado, grado técnico, a la que se le agregan muy lentamente 35 mL de una solución saturada de dicromato de potasio por litro de ácido. Como es muy peligrosa, para prepararla y manejarla se requiere el uso de guantes, bata y lentes de seguridad. Se recomienda el uso de ropa y zapatos viejos y conocer la ubicación de las regaderas de seguridad.
- Siempre que se use algún ácido para lavar, se deben dejar correr cantidades copiosas de agua, para proteger el drenaje. Algunas sustancias reaccionan violentamente con la mezcla crómica, por tanto el material de vidrio debe enjuagarse antes de su inmersión en el ácido. Después de sumergir las piezas en el ácido, enjuagar exhaustivamente con agua corriente y después con agua destilada.
- El material limpio se deja escurrir sobre toallas de papel. En caso de necesitarlo inmediatamente, se puede secar enjuagándolo con un volumen mínimo de acetona o alcohol etílico y dejando evaporar el disolvente.
- En caso de que la técnica señale “trabajar en condiciones anhidras” o “peso constante”, el material debe secarse en una estufa a 100° C durante una hora y dejarse enfriar en un desecador.
- Cada experimento particular puede presentar situaciones que requieren especial atención y que serán señaladas por el instructor.
- Señalización: Es muy importante que los usuarios del laboratorio estén conscientes siempre de atender a lo que indican las señales de seguridad dentro del laboratorio. Es necesario que conozcan la ubicación de: salidas de emergencia, rutas de evacuación, regaderas, botiquín, servicio médico y el manejo de los extintores. Deben estar familiarizados con los códigos de color de las tuberías y de los reactivos y el código CRETIB.

Fecha:

D

M

A



Muestreo y
Conservación de Muestras

Cálculo y Preparación
de Reactivos

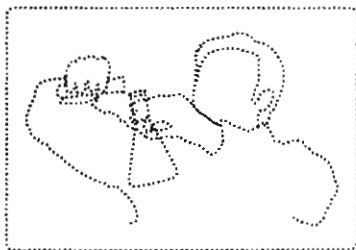




DIAGRAMA DE FLUJO



MUESTREO Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS

Toma y registro de muestras

Los aspectos generales que deben considerarse al muestrear son:

- Identificar de inmediato y claramente las muestras. Emplear un número consecutivo y de preferencia una clave que indique el estudio al que pertenecen dichas muestras.
- Se debe evitar tomar muestras en sitios muy próximos a la pared o a las orillas del cuerpo de agua.
- No deben recogerse depósitos o materiales de las paredes ni de la superficie del agua, tampoco es recomendable incluir partículas grandes o inusuales (Lind, 1985).

Cabe mencionar que el muestreo tiene gran importancia en relación con los resultados que se obtengan de los análisis realizados a una muestra, ya que si alguno de los pasos del muestreo (recolección, preservación y traslado) no se realiza correctamente, los análisis efectuados carecerán de validez.

Equipo requerido para realizar el muestreo

Los recipientes empleados para las muestras deben ser de un material inerte al contenido del agua muestreada, se recomiendan envases de polietileno o vidrio con capacidad mínima de 2 litros. Las tapas deben ser de material afín al del recipiente y proporcionarle un cierre hermético.

Los volúmenes de muestra convenientes para los análisis fisicoquímicos varían entre 2 y 5 litros, en tanto que para los análisis bacteriológicos es suficiente con 250 ml.

Los recipientes para muestras destinadas a análisis bacteriológicos, además de las características mencionadas, deben ser de boca ancha y resistentes a la temperatura de esterilización (160-170 °C).

El equipo que se utiliza generalmente para muestrear comprende lo siguiente:

- Muestreador
- Cuerda
- Flexómetro
- Disco Sechi
- Brújula
- Envase de plástico de 2 a 5 litros de capacidad, para el transporte y almacenamiento de las muestras destinadas a los análisis fisicoquímicos
- Botellas de vidrio ámbar, con tapón esmerilado o de plástico, de 125 ml de capacidad, para el transporte y almacenamiento de las muestras destinadas a los análisis bacteriológicos. Estos envases deben haber sido esterilizados previamente.

- Frascos de vidrio de boca ancha, de un litro de capacidad, para las muestras destinadas al análisis de grasas y aceites
- Embudos de plástico
- Potenciómetro de campo o papel indicador de pH
- Conductímetro de campo
- Medidor de oxígeno disuelto, de campo
- Bitácora
- Lápiz
- Pipetas graduadas de 10 ml
- Pipetas volumétricas de 100 ml
- Bureta de 15 ml
- 3 matraces Erlenmeyer de 250 ml
- Piseta con agua destilada
- Soporte universal
- Guantes
- Conservadores

Preparación de los recipientes para conservar las muestras

Los recipientes para las muestras de análisis fisicoquímicos deben estar perfectamente limpios. La limpieza puede hacerse utilizando mezcla crómica o detergente, cuidando de enjuagarlos bien. En caso de emergencia bastará con enjuagar varias veces el recipiente con el agua que se va a muestrear.

Algunos envases requerirán un tratamiento especial, como es el caso de los destinados al análisis de grasas y aceites, que además de estar limpios deben enjuagarse con un disolvente (hexano o éter de petróleo) y secarse con aire. Los recipientes con muestras destinadas al análisis de fosfatos deben enjuagarse con agua acidulada caliente y posteriormente con agua destilada. Los destinados a la determinación de detergentes deben lavarse con mezcla crómica.

Los recipientes para las muestras destinadas a los análisis bacteriológicos deben haber sido lavados perfectamente y enjuagados con agua caliente para remover las trazas de sustancias residuales y finalmente enjuagados varias veces con agua destilada.

Los materiales lavados deben estar libres de alcalinidad o acidez, lo que puede comprobarse con papel indicador de pH. Las botellas de vidrio se deben esterilizar a la temperatura de 170 °C durante una hora, o en autoclave a 121 °C por 15 minutos; si el tapón es de vidrio esmerilado, al tapón se le coloca una tira de papel para facilitar la apertura del frasco. Encima de la tapa, cubriendo el cuello del frasco, se coloca un capuchón de papel aluminio o de papel kraft.



Recolección de las muestras

El personal de muestreo deberá dirigirse al sitio donde serán recolectadas las muestras, además de registrar los datos de campo como son: hora de muestreo, profundidad del pozo de monitoreo y descripción del perfil del suelo.

La toma de muestra será con un muestreador Simpson el cual consta de una botella cerrada herméticamente, con un orificio en la parte superior.

Los resultados del análisis de campo serán complemento de los de laboratorio por lo que serán reportados como parte del análisis en la práctica de muestreo.

Los parámetros que se analizan en campo son principalmente: pH, temperatura, conductividad, cloro residual y libre, y oxígeno disuelto.

Muestreo para análisis fisicoquímicos

Se muestrea según sean las condiciones del lugar, sumergiendo el muestreador en el cuerpo de agua y vertiendo la muestra en el envase previamente lavado.

◦ Oxígeno disuelto

La toma de muestras para la determinación de oxígeno disuelto deberá efectuarse con cuidado, evitando el burbujeo o agitación. En aguas poco profundas se puede muestrear directamente con una botella de boca angosta con tapón esmerilado. En el caso de muestrear a más de un metro de profundidad existen los muestreadores Winkler (específicos para oxígeno disuelto) y el Kemmerer, tomando las precauciones debidas para evitar burbujeo al introducir la muestra a la botella de DBO de 300 ml, donde se realizará el análisis. Es recomendable registrar la temperatura de la muestra en el momento de tomarla y efectuar inmediatamente la medición de oxígeno disuelto, por lo menos fijar el oxígeno, y después, titular con los reactivos del método empleado.

Actualmente existen en el mercado medidores de oxígeno analógicos o digitales, que bien calibrados y tomando las precauciones adecuadas, facilitan la determinación de este parámetro.

◦ Grasas y aceites

Para esta determinación es muy importante cuidar que la muestra sea representativa, ya que una característica de las grasas y aceites es que se agrupan en la superficie de los cuerpos de agua, formando natas en determinadas zonas, por lo cual la

muestra se debe tomar superficialmente, en frascos de un litro, evitando que se derrame. En caso de aceites emulsionados, la muestra se debe tomar a 20 ó 30 cm de profundidad, donde no haya mucha turbulencia para asegurar una mayor representatividad.

Cuando el análisis no puede efectuarse inmediatamente, se conserva la muestra a un pH de 2 o menos, adicionando 5 ml de HCl concentrado y refrigerándola a 4 °C, se recomienda no almacenarla por más de 24 horas.

Muestreo para análisis bacteriológicos

Se procede de la siguiente manera: Tomar la botella cerca de su base, aflojar ligeramente el tapón, sumergirla cerrada (15- 20 cm), con el cuello hacia abajo, colocándola en sentido contrario a la corriente para evitar que el agua que entre a la botella toque las manos del operador, después se destapa la botella y se gira de modo que el cuello quede ligeramente más elevado que la base, se deja que se llene, hasta $\frac{3}{4}$ partes de su volumen, dejando un espacio suficiente para facilitar el mezclado del líquido, previo al análisis. Es de suma importancia agregar 5 ml de tiosulfato de sodio a la muestra, tapar el envase y agitar vigorosamente para homogeneizar la muestra.

Identificación de las muestras y registro de campo

Una vez colectada la muestra, es necesario tomar las precauciones necesarias para que en cualquier momento sea posible identificarla. Se deben identificar con una etiqueta pegada o colgada, o numerar y escribir la fecha en los frascos con un material que no sufra alteraciones con el agua (marcadores), anotando la información en una hoja de registro.

En el caso de utilizar etiquetas, éstas deben ser de un material que no sufra alteraciones con el agua. Anotar con tinta indeleble la siguiente información:

- Identificación del cuerpo de agua
- Número de la muestra
- Fecha y hora de muestreo
- Análisis a efectuar

Durante el muestreo se debe llevar una hoja de registro con la información que permita identificar el sitio de toma de muestra, condiciones en que se efectuó el muestreo, observaciones, etc.

Esta hoja debe contener la siguiente información:



- Resultados de los análisis de campo realizados en el sitio
- Temperatura ambiental y del agua, pH
- Localización de la estación de muestreo
- Descripción cualitativa de olor y color del agua al momento del muestreo
- Observaciones generales

Conservación de las muestras

Las técnicas de conservación de las muestras retardan durante cierto tiempo los cambios químicos y biológicos que se producen después de la toma. En general, mientras más corto sea el tiempo que transcurra entre la toma de la muestra y su análisis, más confiables serán los resultados.

En el siguiente cuadro se presenta una lista de conservadores que se usan comúnmente en muestras de agua, se indica su acción y a que tipo de análisis son aplicables.

Cuadro 1. Acción y aplicación de algunos conservadores químicos usados más comúnmente en el muestreo de aguas residuales.

Conservador	Acción	Aplicable a:
HgCl ₂	Inhibidor bacteriano	Nitrógeno y fósforo en todas sus formas
Ácido (HNO ₃)	Disolvente de metales y para prevenir la precipitación	Metales
Ácido (H ₂ SO ₄)	Inhibidor bacteriano o formador de sales con bases orgánicas	Muestras orgánicas (DQO, aceites, grasas y carbono orgánico)
Álcali (NaOH)	Formador de sales	Cianuro, ácidos orgánicos
Tiosulfato de sodio	Inhibidor de la acción del cloro en las bacterias	Análisis bacteriológicos
Refrigeración	Inhibidor bacteriano	Acidez, alcalinidad, material orgánico, DBO, color, análisis bacteriológicos, fósforo, nitrógeno orgánico y carbono.

Microbiología y aplicaciones en los procesos biológicos en el tratamiento de aguas. Curso SARH, 1983



Cuadro 2. Condiciones para mantener muestras de agua, antes de su análisis

Parámetros	Tipo de envase	Volumen mínimo requerido ml	Conservador	Tiempo máximo de Almacenamiento recomendado
Acidez	Vb, P	100	Refrigeración	24 h
Alcalinidad	V, P	200	Refrigeración	24 h
Análisis bacteriológicos	V, Pr	100	Añadir 2ml/100ml de Tiosulfato de Sodio de concentración 1:100 y refrigerar	6 h
COT	V	100	Analizar inmediatamente o refrigerar y acidular a pH<2 con H ₂ SO ₄	7 días
Cianuro total	V, P	500	Añadir NaOH hasta pH>12, refrigerar en la oscuridad	24 h
Cloro residual	V, P	500	Analizar inmediatamente	0.5 h
Conductividad	V, P	500	Refrigeración	28 días
DBO	V, P	1000	Refrigeración	6 h
DQO	V, P	100	Analizar tan pronto como sea posible o añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2	7 días
Dureza	V, P	100	Refrigeración	48 h
Fenoles	V	500	Refrigeración y añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2	6 meses
Fluoruros	P	300	No requiere preservación	28 días
Fosfatos	Va	100	Para disolver fosfatos filtrar inmediatamente; refrigerar; congelar (-10 °C)	48 h
Grasas y aceites	Vs frascos boca ancha	1000	Añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2 y refrigerar	28 días
Metales	Va, Pa, Vp	-----	Para disolver metales filtrar inmediatamente y añadir HNO ₃ hasta pH<2	6 meses (pero varía en ciertos metales)
Nitrógeno amoniacal y orgánico	V, P	500	Analizar tan pronto como sea posible o acidular con H ₂ SO ₄ hasta pH<2 y refrigerar	7 días
Nitratos	V, P	100	Acidular con H ₂ SO ₄ hasta pH<2 y refrigerar	48 h
Nitritos	V, P	100	Analizar tan pronto como sea posible o congelar a (-20 °C)	Ninguno
Material sedimentable	V, P	-----	Refrigeración	7 días
Olor	V	500	Analizar tan pronto como sea posible y refrigerar	6 h
Oxígeno disuelto	V, envase para OD*	300	Analizar de inmediato o fijar el OD y luego titular	8 h
pH	V, P	-----	Analizar inmediatamente	2 h
Compuestos orgánicos	Vs, TFE	-----	Adicionar 100 mg de Na ₂ S ₂ O ₅ /mg de cloro residual presente y refrigerar	7 días
Sulfatos	V, P	500	Refrigeración	28 días
Sulfitos	V, P	100	Adicionar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100ml y refrigerar	28 días
Temperatura	P, V	-----	Analizar inmediatamente	-----
Turbiedad	V, P	-----	Analizar el mismo día y refrigerar en la oscuridad	24 h
Sólidos	V, P	1000	Refrigerar en la oscuridad	7 días

* Es un frasco especial de vidrio; con tapón cónico y cuello esmerilado, de un volumen determinado, conocido como botella DBO

Microbiología y aplicaciones en los procesos biológicos en el tratamiento de aguas. Curso SARH, 1983



A continuación se definen las abreviaturas utilizadas en el cuadro 2:

V Vidrio

P Plástico (polietileno o equivalente)

Pr Plástico resistente al calor, esterilizado y de una capacidad de 120 ml

Va Pa Enjuagado con una solución de HNO₃ 1:1

Vb Vidrio borosilicato

Vs Vidrio enjuagado con disolventes orgánicos

Refrigerar Almacenamiento a 4 °C

Refrigeración Almacenamiento a 4 °C en la oscuridad

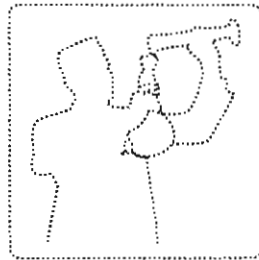
TFE Tetrafluoroetileno

Fecha:

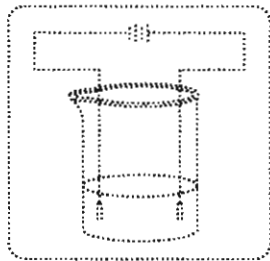
D

M

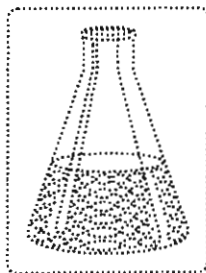
A



Muestreo



Conductividad
Específica



Turbiedad



DIAGRAMA DE FLUJO

MUESTREO

Introducción

Los resultados de un análisis no pueden ser mejores que la muestra de que se dispone, por esto, hay que poner atención a la toma de las muestras.

La meta principal de esta manipulación es obtener muestras representativas de la totalidad del agua que se desea analizar, esto significa, tomar la muestra y conservarla de manera que los parámetros medidos correspondan a los valores promedio del total del cuerpo de agua que se analiza. Significa también, que hay que elegir el lugar y el tiempo para la toma de las muestras, de manera que los resultados reflejen la variación temporal y espacial de las características del caudal en estudio.

El agua que se va a analizar puede provenir de un lago, de un pozo, de la red municipal o de la red de descargas industriales o municipales. En campo, al tomar la muestra, se evalúan de inmediato algunas de sus características, entre ellas, apariencia, olor, color, pH, temperatura y oxígeno disuelto.

El aforo proporciona información básica de parámetros importantes para la ingeniería, como velocidad, gasto y flujo.

Principio

El aforo es el gasto aproximado de una corriente. Lo podemos conocer determinando la velocidad y el área transversal o sección, en un tramo dado de dicha corriente.

Objetivo

Determinar el gasto y realizar la toma de una muestra de aguas residuales. El método utilizado para el aforo es el de sección-velocidad.

Equipo utilizado

- Medidor de pH
- Medidor de oxígeno disuelto
- Soluciones para calibrar el medidor (soluciones buffer de pH 4, 7 y 10)
- Termómetro
- Linterna
- Flexómetro
- Esferas de unicel (de 1 a 2 cm de diámetro)

- Cronómetro
- Regla de 30 centímetros
- Recipientes de plástico, de un galón de capacidad
- Frascos de vidrio de boca ancha, de 1 litro de capacidad
- Embudos
- Probetas de 500 a 1000 ml
- Cubeta de plástico pequeña



- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> └─ Lazo o cuerda de plástico (>5 m) └─ Varilla o palo de madera delgada (5 m) └─ Guantes | <ul style="list-style-type: none"> └─ Mascarilla └─ Bata └─ Franela |
|---|--|

Procedimiento

a) MUESTREO (Obtención de la muestra simple)

La muestra simple es la que se toma durante el período necesario para completar, cuando menos, un volumen proporcional al caudal de descarga, de manera que éste resulte representativo del volumen total del caudal, medido en el sitio y en el momento del muestreo. En campo, al momento de tomar la muestra se miden: temperatura, pH y oxígeno disuelto y se registran datos como: apariencia, color y olor.

I. Seleccionar visualmente o con ayuda de planos, los sitios de descarga donde se desea muestrear.

II. Una vez ubicadas las descargas, proceder como se indica:

1. Antes de muestrear, verificar la calibración de los equipos de medición de temperatura, pH y oxígeno disuelto.
2. En el caso de las muestras de agua de drenaje, amarrar el lazo a la cubeta y arrojarla al interior de la coladera hasta tocar el agua, de manera que quede aproximadamente en el centro del tubo de descarga. Recolectar la muestra y vaciarla, con ayuda del embudo, en el frasco de 2 litros.
3. Medir y registrar la temperatura, el pH, y el oxígeno disuelto.

Tabla 1. Registro de parámetros de campo

Muestra (Fecha)	Hora	Temperatura	pH	Oxígeno disuelto	Olor	Color	Apariencia

B) AFORO (medición del gasto)

Cabe mencionar que existen diferentes métodos para el cálculo del caudal. El método que se va a utilizar es el de sección-velocidad, que es uno de los más sencillos y se utiliza cuando la distancia entre dos registros está entre 3 y 5 metros o incluso menos y, el flujo, la pendiente y el tirante son uniformes.

Cálculo de la velocidad

1. El punto de aforo es el registro de la toma de muestra y un registro antes del mismo.
2. Hacer una breve descripción del registro (condiciones en las que se encuentra).
3. Obtener la información del diámetro del tubo de desagüe (diámetro comercial).
4. Medir la distancia que hay entre los dos registros.
5. Arrojar en el primer registro una esfera de unicel y medir el tiempo que tarda en llegar al siguiente registro (Fig. 1).
6. Repetir la medición tantas veces como se considere conveniente.

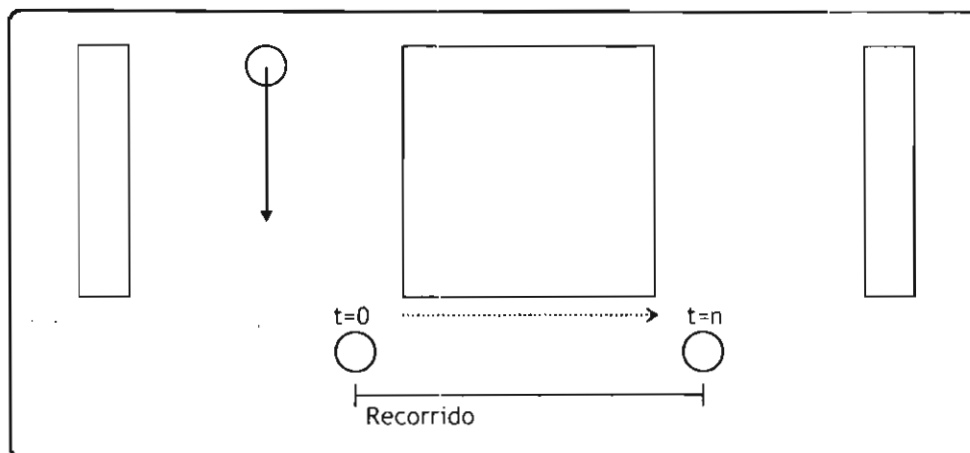


Figura 1. Cálculo de la velocidad de flujo

7. Registro de datos.

Tabla 2. Velocidad de flujo

Muestra (Fecha)	Hora	Distancia [m]	Tiempo [s]	Velocidad [m/s]

8. Calcular la velocidad.

$$V = \text{Distancia recorrida} / \text{tiempo de recorrido}$$

Cálculo del área transversal húmeda

1. Introducir la varilla seca en el registro de la toma de muestra, a la salida del tubo en la línea media del registro (introducir la varilla una sola vez). En caso de repetir la operación, utilizar una varilla seca.

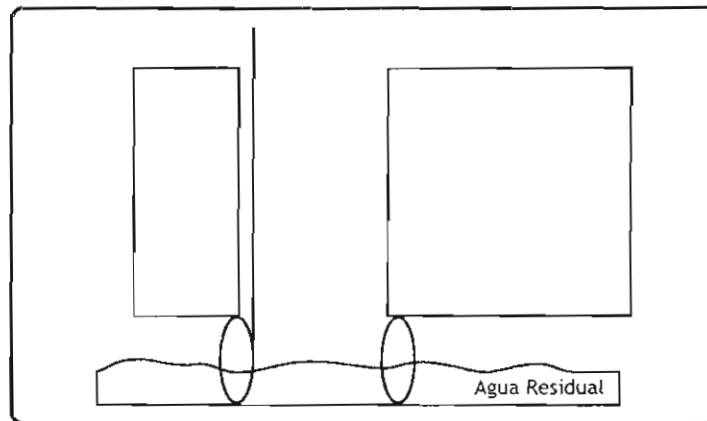


Figura 2. Medición del tirante de agua

2. Sacar la varilla y medir la altura de la parte húmeda en el extremo de la varilla, lo que corresponde al tirante del agua. Registrar dicha altura.
3. Registro de datos.

Tabla 3. Área transversal húmeda

Muestra (Fecha)	Hora	Y = Tirante [m]	θ = Ángulo de contacto	Área transversal [m ²]

4. Calcular el área transversal húmeda.

$$A = \frac{D^2}{4} \left(\frac{\pi\theta}{360} - \frac{\text{sen } \theta}{2} \right)$$

Donde:

$$\theta = 2 \cos^{-1} \left(\frac{r - Y}{r} \right)$$

A= Área transversal húmeda (m²)

D= Diámetro del tubo (m)

r= Radio del tubo (m)

Y= Tirante del agua (m)

5. Registro de datos

Tabla 4. Gasto del afluente

Muestra (Fecha)	Área [m ²]	Velocidad [m ² /s]	Gasto [m ³ /s]	Gasto [l/s]

$$Q = V \times A$$

Donde:

Q = Gasto (m³/s)

V = Velocidad (m/s)

A = Área transversal (m²)

6. Cálculo de la muestra compuesta. La muestra compuesta es la que resulta de mezclar varias muestras simples, en forma proporcional al caudal descargado. El volumen que debe incorporarse, de cada muestra simple, es proporcional al gasto de dichas muestras.

Tabla 5. Registro de la muestra compuesta

Muestra	Hora	Gasto
1		Q ₁
2		Q ₂
3		Q ₃
n		Q _n

$$\text{Gasto promedio} = Q_T = \sum_{j=1}^n Q_j$$

1. Hay que definir el volumen de la muestra compuesta que se va a preparar. Se sugiere un volumen aproximado de 4 litros.

2. Obtener un volumen adecuado de cada una de las muestras y combinarlos en la proporción correspondiente, que se calcula aplicando la siguiente proporción:

Volumen de muestra 1, en litros = (Q₁/Q_T) x volumen de muestra compuesta .



Cuestionario

1. Investigar y describir: aplicación, materiales, teoría y procedimientos de cálculo que se utilizan en dos procedimientos alternativos de aforo y gasto de caudales de agua.
2. Explicar las diferencias entre muestra simple y muestra compuesta, así como el propósito que se pretende al usar una u otra.
3. Investigar el volumen de muestra que se necesita para los análisis de rutina que se le hacen a una muestra de agua.
4. Describir y justificar las características de los recipientes que se recomiendan para la toma de muestras de agua destinadas a análisis fisicoquímicos, bacteriológicos, de oxígeno disuelto, de metales y de grasas y aceites.
5. Describir la forma en que deben prepararse los recipientes destinados al muestreo, para los análisis que se enumeran en el punto anterior.

Bibliografía

- 1.- NOM-AA-003-1980 "aguas residuales- muestreo".
- 2.-Sawyer, C.N.; McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 3.-APHA- AWWA- WPCF, *Standard methods for the examination of water and wastewater*, Port City Press. U.S.A., 1989.
- 4.-Manrique, J.M., Navarrete M.L., *Aforo y muestreo de aguas residuales industriales*, IPN-CNCB, México 1995.



DIAGRAMA DE FLUJO



CONDUCTIVIDAD ESPECÍFICA

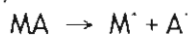
Introducción

La conductividad es la expresión numérica de la capacidad de una solución acuosa para conducir la corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de los iones, de su concentración, movilidad, valencia y concentración relativa, así como de la temperatura a la que se haga la medición. La mayor parte de los ácidos inorgánicos, las bases y las sales, son buenos conductores, en tanto que los compuestos orgánicos no disociables son malos conductores.

Para definir la pureza del agua destilada o desionizada, se acepta como alto grado de pureza, el agua que tenga una resistencia específica de 500,000 ohm, es decir una conductividad, a 25 °C, de 2.0 micromhos/cm.

Principio

Cuando se disuelve en agua un ácido, una base o una sal, se disocia en iones positivos y en iones negativos.



Los iones se moverán independientemente dirigiéndose a los electrodos de carga opuesta, al aplicar un campo eléctrico al sistema. De la concentración de la solución dependerá la cantidad de moléculas disociadas. Cuando la solución está muy diluida, casi la totalidad del ácido, base o sal se encuentra en forma de iones.

Unidades de conductividad eléctrica = longitud/ resistencia x longitud

Una unidad usada comúnmente para expresar la conductividad es: mho/cm. La conductividad del agua es generalmente muy pequeña por lo que se le expresa en μ mho/cm, que corresponde a una millonésima parte de: mho/cm

En el sistema internacional de unidades el recíproco del ohm es el Siemen y la conductividad se expresa como miliSiemen/m (mS/m). Un mS/m = 10 μ mho/cm.

Objetivos

- Determinar la conductividad de una muestra de agua
- Aprender a utilizar los aparatos de medición de conductividad específica

Equipo utilizado

- Conductímetro
- Celda de conductividad específica
- Probeta con profundidad suficiente para introducir la celda



Procedimiento

a) Conductímetro *Oakton*

- Encender el equipo
- Elegir conductividad con la tecla MODE
- Presionar CAL para calibrar
- Introducir el electrodo en solución de referencia (cloruro de potasio KCl 0.01 M)
- El nivel del líquido debe rebasar el orificio de ventilación de la celda
- Ajustar con las teclas ▲ ▼ al valor de la solución de referencia (1413 μ S/cm a 25°C)
- Presionar ENTER
- Presionar MEANS para medición de sol. problema
- Leer en la pantalla el resultado

b) Conductímetro *Conductronic Modelo CI8*

1.- Calibración

- Calibrar sólo si se tiene duda de la precisión de la lectura
- Calibrar con una solución estándar de cloruro de potasio KCl 0.01 M
- Seleccionar el rango de 1999 μ S y medir la conductividad de sol. estándar
- Si la lectura no es igual a 1413 μ S, ajustar el instrumento con el control μ S calibrate, hasta obtener la lectura correcta

2.- Medición

- Si la celda ha estado almacenada durante mucho tiempo, sumérgjala 30 min en agua destilada
- Instalar la celda perfectamente limpia, en el conector BNC
- Oprimir la tecla μ S ó mS según el intervalo que se desee
- Sumergir la celda en la solución problema
- El nivel del líquido debe estar 2 cm arriba de los orificios de ventilación de la celda
- Agitar la celda de arriba hacia abajo para desalojar las burbujas de aire que pudiesen haber quedado atrapadas dentro de la celda de inmersión
- Tomar la lectura
- Después de cada medición, retirar la celda y enjuagar con agua destilada



Cuestionario

1. ¿Por qué deben removerse las burbujas de aire de la muestra antes de hacer la medición?
2. La temperatura de la muestra ¿afecta su conductividad? ¿Cómo se podría comprobar?
3. ¿Cuál es el valor de la conductividad del agua desionizada?

Bibliografía.

- 1.- Sawyer, C.N.; McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A. 1989.



DIAGRAMA DE FLUJO

TURBIEDAD

Introducción

La turbiedad se debe a la presencia de partículas en suspensión (arcilla, lodos, organismos, materia orgánica, etc). La luz que se hace incidir sobre una solución que tiene partículas en suspensión, no se transmite en línea recta sino que es dispersada y parcialmente absorbida.

Si bien la turbiedad es una indicación de la cantidad de sólidos en suspensión, no hay una relación directa entre uno y otro parámetro debido a que la turbiedad es afectada por el número, tamaño, forma y color de las partículas suspendidas. El valor de la turbiedad se expresa en unidades de turbiedad nefelométricas (UTN).

Principio

El método de referencia para determinar la turbiedad de una muestra de agua utiliza el turbidímetro de Jackson, sin embargo, como el valor más bajo de turbiedad que puede medirse directamente con este instrumento es de 25 unidades y la turbiedad del agua tratada suele situarse en el intervalo de 0 a 1 unidades, existen otros modelos de turbidímetro que abarcan este intervalo.

Los turbidímetros comerciales disponibles para la medición de valores bajos de turbiedad se basan en la intensidad de la luz dispersada por las partículas en suspensión, en una dirección dada, predominantemente en ángulo recto a la luz incidente.

Objetivo

 Determinar la turbiedad en una muestra de agua.

Equipo utilizado

Se presentan dos de los equipos más utilizados en el laboratorio:

1. Turbidímetro *ORBECO.HELLIGE*
2. Turbidímetro *COLE PARMER*

Procedimiento

1.- Turbidímetro Orbeco.Hellige

El modelo 966 no necesita calibración antes de su uso, ya está calibrado. La medición se realiza de la siguiente forma:



- ✎ Quitar el tapón rojo protector del depósito de la celda, conservar para prevenir la penetración de polvo durante el almacenaje.
- ✎ Seleccionar el intervalo deseado. Si la turbiedad de la muestra es mayor al intervalo seleccionado aparecerá Fig "1" en el lado izq. de la pantalla.
- ✎ En una celda limpia y seca, poner la muestra problema, llenando hasta el cuello, se requieren 20 ml mínimo de muestra.
- ✎ Tapar la celda y limpiar las huellas digitales, evitando dejar pelusa de la toalla de papel.
- ✎ Sostener el tubo por el tapón y agitar suavemente la celda. No sacudir vigorosamente para evitar la formación de burbujas.
- ✎ Insertar la celda en el turbidímetro y colocar la cubierta (tapa negra).
- ✎ Presionar el botón de prueba mantener por 5-10 segundos hasta que la lectura sea estable.
- ✎ Registrar la lectura que aparece en la pantalla .

2.- Turbidímetro Cole Parmer

La operación de este modelo se realiza como se describe a continuación:

- ✎ Nunca usar el turbidímetro con estándares congelados o demasiado fríos.
- ✎ Lavar la celda con alcohol y dejar secar sola o con aire, antes de tomar la lectura.
- ✎ Encender el equipo y dejar calentar por lo menos 30 minutos.
- ✎ Seleccionar el intervalo en el equipo (con el botón NTU RANGE) del estándar a utilizar para calibrar el aparato.
- ✎ Insertar el estándar seleccionado de acuerdo al rango de escala.
- ✎ Ajustar con el botón de SET CONTROL al valor que marca el estándar .
- ✎ Insertar la muestra y colocar la cubierta.
- ✎ Leer el valor de la muestra en la pantalla.

Cuestionario

1. Si se tienen dos muestras de agua con la misma concentración de sólidos suspendidos, pero con diferente tamaño de partículas, ¿Cuál tendría un valor más alto de turbiedad: la muestra con partículas más finas o la que tiene partículas más gruesas?

2. Desde el punto de vista ambiental, ¿Cuál es la utilidad o importancia de conocer la turbiedad de una muestra de agua?

3. Describa otra técnica que pueda utilizarse para medir la turbiedad del agua.

Bibliografía

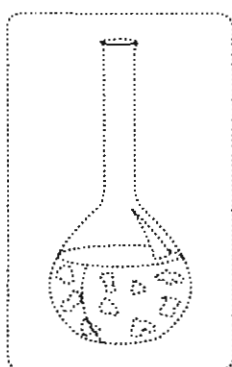
- 1.- Sawyer, C.N.; McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-038-SCFI-2001, Análisis de agua-Determinación de turbiedad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba.

Fecha:

D

M

A



Sólidos

Alcalinidad Total





DIAGRAMA DE FLUJO

SÓLIDOS

Introducción

En la química del agua, el término "sólidos" se refiere a la materia disuelta o suspendida en una muestra de agua. Para su determinación se va a utilizar un método gravimétrico, excepto para los sólidos sedimentables que se determinarán por un método volumétrico.

Principio

Los sólidos totales contenidos en aguas residuales son definidos como: toda la materia que permanece como residuo, cuando la muestra se somete a evaporación a 103-105 °C.

Cada categoría de sólidos puede clasificarse con base en la volatilidad de las sustancias, a 550 ±50 °C. A esa temperatura, la fracción orgánica es oxidada y convertida a gas, en tanto que la fracción inorgánica permanece como cenizas.

Sólidos totales: Representan la totalidad del material suspendido y disuelto que contiene el agua. Se determinan evaporando en un crisol previamente pesado y llevado a peso constante (103 a 105 °C), una muestra de agua. El residuo representa el total de sólidos.

Sólidos fijos y volátiles: Son una medida de la cantidad de materia orgánica presente. Esta prueba se complementa con una combustión en la que la materia orgánica es convertida a bióxido de carbono y agua. La temperatura de oxidación es controlada para evitar la descomposición y volatilización de sustancias inorgánicas. La pérdida de peso, referida como "sólidos volátiles", se interpreta en términos de materia orgánica, el residuo corresponde a los "sólidos fijos" y se asocia con la materia inorgánica o cenizas.

Sólidos sedimentables, el término de sólidos sedimentables se aplica a los sólidos en suspensión que sedimentan bajo condiciones de reposo, debido a la influencia de la gravedad. Solamente pueden sedimentar las partículas "gruesas", con una gravedad específica mayor que la del agua.

Objetivo

✍ Determinar el contenido de sólidos totales, sedimentables, suspendidos, disueltos, fijos y volátiles, de una muestra de agua.



Equipo utilizado

- Estufa a 103-105°C
- Mufla a 550-600°C
- Cono Imhoff con soporte
- Crisol de porcelana
- Crisol gooch
- Desecador
- Probeta de 25 ml
- Bomba de vacío con trampa de agua
- Matraz Kitasato con accesorios para filtración a vacío
- Disco de fibra de vidrio para crisol gooch

Procedimiento

a) Sólidos (totales, volátiles y fijos)

1.- Sólidos totales

En un crisol previamente puesto a peso constante, colocar un volumen conocido de la muestra de agua previamente homogeneizada por agitación (25 a 50 mL) y ponerla a evaporar en baño maría, casi hasta sequedad. Introducir el crisol en la estufa a 103°C hasta la evaporación total del agua. Retirar el crisol, dejarlo enfriar en un desecador y pesarlo (hasta obtener peso constante). El incremento de peso corresponde a los sólidos totales. Este crisol con el residuo se utiliza para determinar sólidos totales fijos y volátiles.

2.- Sólidos totales fijos y volátiles

Colocar el crisol con el residuo, en la estufa durante 10-15 min. antes de introducirlo a la mufla, que debe estar a 550°C. Mantenerlo en la mufla durante 10-15 minutos, retirarlo y dejarlo en la estufa, a que se enfríe antes de pasarlo a un desecador y pesarlo. Repetir el proceso hasta que el crisol esté a peso constante. La pérdida de peso corresponde a los sólidos totales volátiles y la diferencia a los sólidos totales fijos.

b) Sólidos suspendidos (totales, volátiles y fijos)

1. - Preparación

Colocar, en un crisol gooch, un disco de fibra de vidrio con la superficie rugosa hacia arriba, cuidando que el disco cubra completamente las perforaciones del crisol. Insertar el crisol gooch en el aparato de filtración (Fig. 3), aplicar vacío y lavar el disco con 2-5 mL

de agua destilada. Mantener el vacío hasta que haya pasado toda el agua. Poner a peso constante ($103-105^{\circ}\text{C}$) el crisol gooch así preparado.

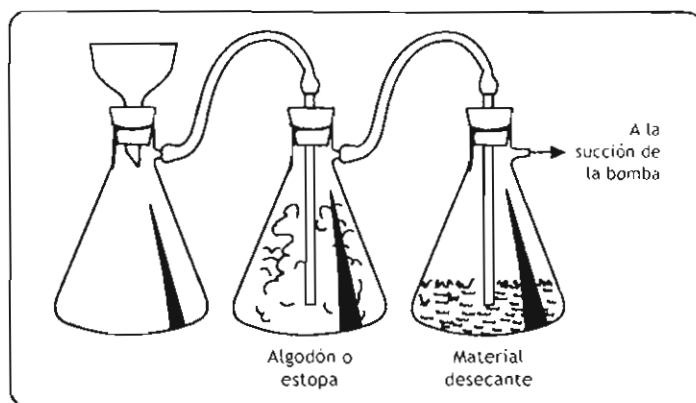


Fig. 3
Equipo para
filtración al vacío

2.- Sólidos suspendidos totales

Colocar en el aparato de filtración, el crisol gooch que ya está a peso constante. Filtrar a través de él, un volumen conocido de muestra (25-50 mL). Posteriormente lavar el disco tres veces, con 10 mL de agua destilada cada vez. Dejar pasar toda el agua antes de suspender la aplicación de vacío. El filtro retuvo los sólidos en suspensión por lo que ahora se debe dejar secar el crisol gooch, manteniéndolo en la estufa a 103°C durante una hora. Retirar, dejar enfriar en un desecador y pesarlo, repetir hasta obtener peso constante. Este crisol gooch con residuo se utiliza para la determinación de sólidos suspendidos fijos y volátiles.

3.- Sólidos suspendidos fijos y volátiles

Colocar el crisol gooch con el residuo, en la estufa durante 10-15 min. antes de introducirlo a la mufla, que debe estar a 550°C . Mantenerlo en la mufla durante 10-15 minutos, retirarlo y dejarlo en la estufa, a que se enfríe, antes de pasarlo a un desecador y pesarlo. Repetir el proceso hasta que el crisol esté a peso constante. La pérdida de peso corresponde a los sólidos suspendidos volátiles y la diferencia a los sólidos suspendidos fijos.

c) Sólidos sedimentables

Llenar un cono Imhoff (Fig. 4) hasta el aforo de 1 litro, con la muestra problema perfectamente mezclada para homogeneizarla. Dejar reposar por 45 minutos. frotar las paredes del cono con un agitador de vidrio, cuidando de no agitar el líquido y dejar reposar durante 15 minutos más. Tomar nota del volumen de sólidos sedimentados en la parte estrecha del cono. El resultado se expresa en mL de sólidos sedimentables/L de muestra.

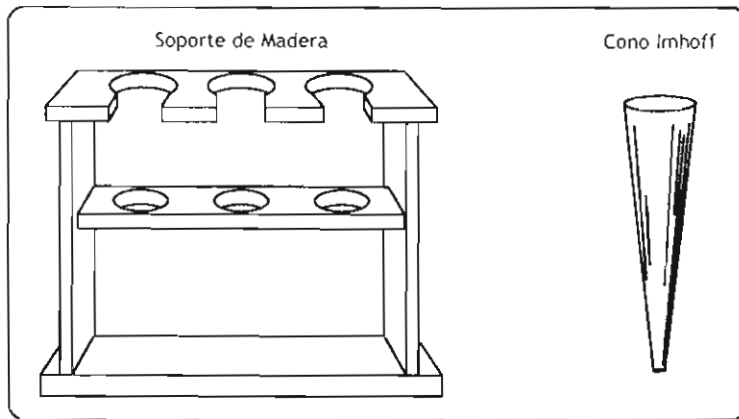


Fig. 4
Equipo para
determinación de
sólidos sedimentables

Cálculos

$$ST = \frac{C_1 - C_0 \times 1000}{V}$$

$$STV = \frac{C_1 - C_2 \times 1000}{V}$$

$$STF = ST - STV$$

$$SST = \frac{G_1 - G_0 \times 1000}{V}$$

$$SSV = \frac{G_1 - G_2 \times 1000}{V}$$

$$SSF = SST - SSV$$

$$SDT = ST - SST$$

$$SDV = STV - SSV$$

$$SDF = STF - SSF$$

Donde:

C_0 = peso del crisol vacío, mg

C_1 = peso del crisol con el residuo secado en estufa, mg

C_2 = peso del crisol con el residuo después de la calcinación en mufla, mg

G_0 = peso del crisol gooch con el disco vacío, mg

G_1 = peso del crisol gooch con el residuo de la filtración, secado en estufa, mg

G_2 = peso del crisol gooch c/residuo de filtración después de calcinación en mufla, mg

ST = sólidos totales, mg/L

STV = sólidos totales volátiles, mg/L

STF = sólidos totales fijos, mg/L

SST = sólidos suspendidos totales, mg/L

SSV = sólidos suspendidos volátiles, mg/L

SSF = sólidos suspendidos fijos, mg/L

SDT = sólidos disueltos totales, mg/L

SDV = sólidos disueltos volátiles, mg/L

SDF = sólidos disueltos fijos, mg/L

Cuestionario

1. ¿Hay alguna relación entre la turbiedad y los sólidos suspendidos? Explique.
2. ¿Qué inconvenientes tiene el uso de agua con alto contenido de sólidos, en la industria y en el suministro municipal?
3. ¿Qué relación existe entre la concentración de sólidos sedimentables y la materia orgánica?

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF., *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-034-SCFI-2001, *Análisis de agua-Determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba*.
- 4.- Norma Mexicana NMX-AA-004-SCFI-2001. *Análisis de agua-Determinación de sólido sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba*.

DIAGRAMA DE FLUJO

ALCALINIDAD TOTAL

Introducción

La alcalinidad es una medida de la capacidad que tiene una muestra de agua para neutralizar los ácidos y corresponde a la suma de todas las bases titulables. La alcalinidad se debe a la presencia de hidróxidos, carbonatos y bicarbonatos disueltos en el agua; aunque en ocasiones están presentes además bases débiles, como boratos, silicatos, fosfatos, amoníaco o sales de ácidos orgánicos, estas especies representan un aporte poco significativo que puede ser ignorado.

Desde el punto de vista de la salud, la alcalinidad no representa un problema ya que a concentraciones altas, que pudieran ser potencialmente dañinas, cambia notablemente el sabor del agua y no se apetece beberla. Desde el punto de vista industrial no es conveniente el uso de agua cuya alcalinidad sea elevada ya que puede provocar incrustaciones en las tuberías y calderas.

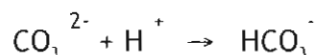
En un digestor anaerobio típico, la alcalinidad del líquido sobrenadante se encuentra entre 2000 y 4000 mg de CaCO₃/L.

Principio

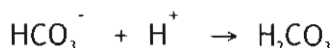
Al neutralizar un volumen determinado de una muestra de agua, con un ácido de normalidad conocida, se puede conocer la cantidad de álcali que había en la muestra original.

La alcalinidad se determina volumétricamente por titulación con H₂SO₄ y se reporta en términos de CaCO₃ mg/L. Para muestras cuyo pH inicial está por arriba de 8.3, la titulación se realiza en dos pasos. En el primero, la titulación se lleva a cabo hasta que el pH se encuentra por debajo de 8.3, punto en el cual la fenolftaleína (indicador) cambia de color rosa a incoloro. El segundo paso de la titulación se realiza hasta que el pH sea menor a 4.5, punto final que corresponde al vire del anaranjado de metilo. Cuando el pH de la muestra final se encuentra por debajo de 8.3, se realiza una sola titulación utilizando como indicador anaranjado de metilo.

La elección de un pH de 8.3 como punto final para el primer paso de la titulación está de acuerdo con los fundamentos de alcalimetría. Este valor corresponde al punto de equivalencia para la conversión del ión carbonato al ión bicarbonato.



El uso de un pH próximo a 4.5 punto final para el segundo paso de la titulación, corresponde aproximadamente al punto de equivalencia de la conversión del ión bicarbonato a ácido carbónico:



En los procesos de tratamiento de agua tiene una influencia decisiva el pH ya que, por ejemplo, la coagulación requiere un pH alcalino. Para eliminar la dureza del agua es necesario calcular, a partir de la alcalinidad, la cantidad de reactivo precipitante que será necesario agregar.

Existen diferentes tipos de alcalinidad. Los métodos que se presentan a continuación permiten distinguir la alcalinidad debida a hidróxidos y la causada por carbonatos

Objetivo

✎ Determinar la presencia y, en su caso, la concentración de iones hidróxido, carbonato y bicarbonato en una muestra de agua, por titulación con una solución valorada de ácido.

Equipo utilizado

a) Técnica de microescala

- Pipeta graduada de 2 ml (microbureta)
- 2 Pipetas graduadas de 5 ml
- Jeringa de 5 ml con un tramo corto de tubo de hule (sin aguja, para usarla como propipeta)
- 4 Matraces Erlenmeyer de 25 ml
- Pipeta Beral de 2 ml
- Vaso de 20 ml
- Piseta con agua destilada

b) Técnica estandarizada

- Bureta, 25 ml
- Matraz Erlenmeyer, 250 ml
- Probeta, 50 ml
- Vaso de precipitados, 100 ml
- Soporte universal
- Pinzas para bureta
- Frasco gotero
- Frascos para reactivo
- Matraz aforado, 250 ml
- Matraz aforado, 500 ml

- Espátula
- Vidrio de reloj
- Pipeta, 5 ml
- Balanza granataria
- Propipeta

Reactivos

- Solución valorada de H₂SO₄ 0.02 N
- Indicador de fenolftaleína
- Indicador de anaranjado de metilo
- Muestra de agua mineral (libre de gas)
- Papel indicador de pH

Preparación de soluciones

Solución de ácido sulfúrico 0.02 N: Tomar 200 ml de la solución 0.1 N de H₂SO₄ y diluirla a un litro. Valorar con la solución 0.02 N de Na₂CO₃, mediante el procedimiento descrito para la titulación de muestras, considerando como punto final el vire del indicador a color canela. Para calcular la concentración se utiliza la siguiente fórmula:

$$N_1 = N_2 V_2 / V_1$$

Donde:

N₁ = normalidad del ácido sulfúrico

N₂ = normalidad del carbonato de sodio

V₁ = volumen gastado de ácido sulfúrico

V₂ = volumen del carbonato de sodio

Solución indicadora de fenolftaleína: pesar 1 g de fenolftaleína y disolverlo en 100 ml de etanol + 100 ml de agua destilada.

Solución indicadora de anaranjado de metilo: Se disuelven 0.125 g de anaranjado de metilo en 250 ml de agua destilada.

Solución de carbonato de sodio (Na_2CO_3) 0.02 N: Disolver 1.06 g de Na_2CO_3 (secado previamente en estufa a 250°C durante 4 h y enfriado en un desecador) en agua destilada y aforar a 1 litro.

Una solución ácida valorada, 0.02 N, equivale a 1.0 mg de CaCO_3 /ml.

Procedimiento

a) Técnica de microescala

Se toma la muestra en un recipiente de polietileno. Se va a determinar la alcalinidad de una muestra real y, como comparación, la de una muestra de composición conocida.

- 1.- Medir el pH de las muestras, usando papel indicador.
- 2.- Enjuagar la microbureta con un pequeño volumen de la solución de ácido sulfúrico. Sostenerla en posición vertical, sujetándola con unas pinzas y llenarla hasta el aforo de 0 mL, aspirando el líquido con la jeringa.
- 3.- Colocar 2 ml de la muestra en un matraz Erlenmeyer de 25 ml y añadir una o dos gotas de indicador de fenolftaleína
- 4.- Si aparece una coloración rosa, titular la muestra añadiendo, gota a gota, solución valorada de ácido sulfúrico. Tomar nota del volumen de ácido gastado para que el color de la solución vire de rosa a incoloro.
- 5.- Agregar, sobre la misma muestra, una o dos gotas de indicador de anaranjado de metilo y continuar la titulación, es decir, seguir agregando ácido, gota a gota, hasta el vire de color rojo a color canela. Tomar nota del volumen de ácido gastado.

Nota: Si al añadir el indicador de fenolftaleína, la solución no toma coloración rosa, ello indica que la muestra no contiene hidróxidos ni carbonatos. La alcalinidad se debe sólo a la presencia de bicarbonatos, es decir, la alcalinidad a la fenolftaleína tiene un valor de cero. Debe agregarse entonces el indicador de anaranjado de metilo (la solución tomará color rosa o rojo) y continuar la titulación como se indicó en el párrafo anterior. Titular cada muestra por triplicado.

B) Técnica estandarizada

A una muestra de 50-100 mL agregarle 2-3 gotas de indicador de anaranjado de metilo y titular con el H_2SO_4 0.02 N, hasta el punto de equivalencia, el cual se alcanza al cambiar el indicador a un color canela característico. Si se desea identificar los iones responsables de la alcalinidad, se puede titular en dos etapas, como se describe en la técnica de microescala, es decir, primero al vire de la fenolftaleína y después, sobre la misma muestra, al vire del anaranjado de metilo.

Posibles interferencias

La presencia de sólidos disueltos puede afectar la actividad de los iones alcalinos que se desea medir, lo que conduciría a resultados bajos.

Medidas de seguridad

Manejar con cuidado el ácido sulfúrico concentrado con que se prepara la solución valorada que se usa como titulante.

Tratamiento de datos

Los valores encontrados al titular a la fenolftaleína (F) y al anaranjado de metilo (AM), permiten identificar a los iones responsables de la alcalinidad de la muestra.

Iones	OH	OH + CO ₃	CO ₃	CO ₃ + HCO ₃	HCO ₃
Gasto para F	X	X	X	X	X = 0
Gasto para AM	Y = 0	Y	Y = 0	Y	Y
Gasto Total	X + 0	X > Y	X = Y	X < Y	Y + 0

Para calcular la alcalinidad debida a cada ión, tome en cuenta que el vire de la fenolftaleína corresponde al punto de neutralización de los hidróxidos y la mitad de los carbonatos presentes, en tanto que el vire del anaranjado de metilo corresponde al punto de neutralización de los bicarbonatos y la mitad de los carbonatos presentes en la muestra original. La alcalinidad total se reporta como mg de CaCO₃/L, lo que equivale a ppm de CaCO₃.

Cálculos

$$\text{mg CaCO}_3 / \text{L} = \frac{A \times N \times 50\,000}{\text{ml de muestra}}$$

En la que:

A= ml de ácido gastado

N= Normalidad del ácido

50,000= peso equivalente del CaCO₃, en mg

Cuestionario

¿Qué significado ambiental tiene un valor alto de alcalinidad a la fenolftaleína?

Relacione el valor de pH encontrado para cada muestra, con su respectivo valor de alcalinidad total

¿Qué es una solución valorada?

Bibliografía

1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.

2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A, 1989,

3.- Centro Mexicano de Química en Microescala. Universidad Iberoamericana. 2000. Notas del curso *Experimentos de Química Ambiental*, México, 2000.

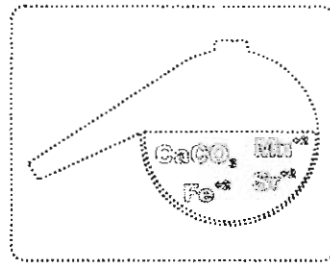
4.- Norma Mexicana NMX-AA-036-SCFI-2001. Análisis de agua.- Determinación de acidez y alcalinidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba.

Fecha:

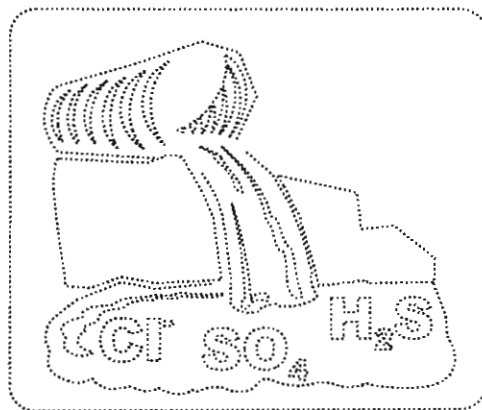
D

M

A



Dureza



Cloruros

Sulfatos y Sulfuros



DIAGRAMA DE FLUJO

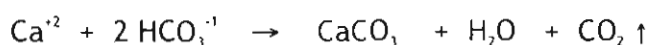
DUREZA

Introducción

La dureza es una medida de la capacidad del agua para precipitar el jabón. Se define como agua dura la que, debido a la presencia de cationes divalentes (principalmente calcio y magnesio), precipita y no hace espuma con el jabón. En calderas y otros sistemas intercambiadores de calor, las aguas duras pueden ocasionar problemas graves ya que forman incrustaciones en el equipo y en las tuberías. Concentraciones elevadas del ión Na^+ pueden interferir en la formación de espuma de jabón, debido al efecto del ión común. A esta interferencia se le menciona como "falsa dureza".

En aguas naturales la dureza del agua revela el tipo de las rocas y los suelos con los que el agua ha tenido contacto. Las aguas se clasifican en "blandas" cuando la dureza es inferior a 75 mg de CaCO_3/L ; "moderadamente duras" si el valor está entre 75 y 150 mg de CaCO_3/L ; "duras", cuando contienen entre 150 y 300 mg de CaCO_3/L y, "muy duras", si exceden los 300 mg de CaCO_3/L .

La dureza se expresa en mg de CaCO_3/L debido a que con frecuencia hay una relación directa entre la dureza y la alcalinidad del agua. Los bicarbonatos y los carbonatos de Ca^{2+} y de Mg^{2+} representan la dureza carbonatada, a la que se denominaba temporal ya que "desaparece" al hervir el agua, debido a que se precipita el carbonato de calcio:



La *dureza* no carbonatada se debe a la presencia de los aniones: sulfato, cloruro y nitrato. Estos iones no se eliminan por ebullición por lo que se les ha denominado *dureza permanente*. Los cationes: Sr^{2+} , Fe^{2+} y Mn^{2+} también contribuyen a la dureza, pero su efecto es mucho menor que el de los metales anteriormente mencionados.

Principio

El método de EDTA para la determinación de dureza se basa en la formación de un complejo colorido de los cationes divalentes con el ácido etilendiamino tetraacético EDTA, en presencia de negro de eriocromo T como indicador.

Cuando se añade negro de eriocromo T a una muestra de agua que contiene iones magnesio, el ión Mg^{2+} forma un complejo que hace virar el color azul intenso del indicador a rojo-vino. Al adicionar EDTA, los iones Mg^{2+} que estaban asociados con el indicador se liberan y forman un complejo incoloro, es decir, desaparece el color rojo-vino y reaparece el color azul del indicador.

La determinación de la dureza debe hacerse en medio básico (pH 10) ya que el negro de eriocromo T es un indicador ácido-base, cuyo color es rojo cuando está en medio ácido, lo que impediría notar el vire del color azul intenso al rojo-vino.



Si se desea conocer la participación del ión Mg^{2+} y del ión Ca^{2+} , por separado, se debe eliminar el ión calcio, por precipitación como oxalato de calcio (insoluble), antes de hacer la titulación con EDTA.

Si la muestra por analizar contiene materia orgánica suspendida, este interferente debe eliminarse, previo al análisis, por digestión con ácidos fuertes.

Objetivos

- Asignar a una muestra de agua el carácter de agua blanda o agua dura, de acuerdo a su capacidad de formar o no formar espuma cuando se le agita con una solución jabonosa.
- Medir la dureza de una muestra de agua, por titulación de los iones calcio y magnesio, con EDTA.

Equipo utilizado

a) Técnica de microescala

- Pipeta de 2 ml (microbureta)
- Soporte para microbureta
- 2 Pipetas volumétricas de 2 ml
- Pipeta Beral de 1 ml
- Pipeta Pasteur con un trocito de filtro de algodón (miniembudo)
- 4 matraces Erlenmeyer de 10 ó 25 ml
- Jeringa de 5 ml, con un tramo corto de tubo de hule (propipeta)
- 2 Vasos de precipitados de 50 ml
- Tubo de ensaye pequeño
- Espátula delgada
- Piseta con agua destilada
- 4 Viales con tapa (o tubos de ensaye pequeños)

b) Técnica estandarizada

- Matraz aforado, 250 ml
- Matraz erlenmeyer, 250 ml
- Pipeta serológica, 5 ml
- Bureta, 25 ml
- Espátula

- Probeta 150 ml
- Vaso de precipitados, 250 ml
- Frasco para reactivo
- Soporte
- Pinzas
- Embudo
- Vidrio de reloj

Reactivos

- Solución estándar de Ca^{2+}
- Solución estándar de Mg^{2+}
- Solución 1×10^{-2} M de EDTA
- Solución amortiguadora de pH=10
- Indicador de negro de eriocromo T (sólido)
- Oxalato de amonio (sólido)
- Agua destilada
- Muestra de agua problema. Puede ser agua mineral libre de gas o agua de la llave
- Solución diluida de jabón neutro 0.1 % en alcohol comercial

Preparación de soluciones

Solución 0.01 M de EDTA

- ✎ Pesar 3.723 g de sal disódica de EDTA dihidratada, disolverlos en agua destilada y aforar a 1000 ml, almacenar la solución en un recipiente de plástico. Si hay duda acerca de la calidad del EDTA, estandarizar con una solución valorada de carbonato de calcio, 1 mg/ml.

Solución estándar de Ca^{2+}

- ✎ Pesar 1 g de CaCO_3 anhidro y agregar suficiente solución 1:1 de HCl hasta la disolución completa del sólido, agregar 200 mL de agua destilada. Calentar a ebullición y dejar hervir durante algunos minutos para expulsar el CO_2 . Enfriar, añadir una gotas de rojo de metilo y ajustar a coloración anaranjada con solución diluida de HCl o de NH_4OH , según se requiera. Transferir la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 mL y aforar con agua destilada. Esta solución contiene 1 mg de CaCO_3 / mL y debe prepararse el día que se va a utilizar.

✎ Solución amortiguadora (pH= 10)

Disolver 3.38 g de cloruro de amonio en 28.5 mL de hidróxido de amonio concentrado



Disolver 0.236 g de sal disódica de EDTA dihidratada y 0.156 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ (0.128 g de cloruro de magnesio hexahidratado) en 10 mL de agua destilada. Mezclar las dos soluciones y aforar con agua destilada a 50 ml. Mantener en el matraz aforado o en un envase de plástico cerrado para evitar la pérdida de amoníaco o la disolución de bióxido de carbono, no más de un mes.

✎ Solución diluida de jabón neutro 0.1 % en alcohol

Disolver un trozo pequeño de jabón neutro en 20 ml de alcohol comercial .

✎ Indicador

En algunas técnicas se sugiere usar como indicador una pizca de negro de eriocromo T. Si la determinación de dureza fuera un análisis de rutina en un laboratorio, lo que no ocurre en este taller, es recomendable disponer del indicador preparado como se indica a continuación: Mezclar 0,5 g de negro de eriocromo T con 4.5 g de clorhidrato de hidroxilamina y disolver la mezcla en 100 ml de alcohol de 96° .

Procedimiento

I. Técnica de microescala

Técnica I. Análisis cualitativo

Antes de hacer la medición (técnica B), se recomienda hacer un ensayo cualitativo basado en la capacidad que tiene el agua "blanda" de formar espuma con las soluciones jabonosas: Disponer de 5 viales y colocar en cada uno, 5 ml aproximadamente de: 1) agua destilada (testigo); 2) solución estándar de Ca^{2+} (testigo); 3) solución estándar de Mg^{2+} (testigo); 4) muestra de agua problema; y 5) muestra de agua mineral (sin gas). Agregar a cada vial, 5 gotas de la solución jabonosa y agitarlos enérgicamente durante 30 segundos. Observar la formación de espuma persistente y medir la altura de ésta, comparando la de las muestras con la de las soluciones testigo.

Las soluciones estándar de calcio y de magnesio contienen el equivalente a 100 mg de CaCO_3/L , es decir, son aguas "moderadamente duras".

Técnica II. Análisis cuantitativo

1.- Dureza Total (suma de la dureza de los iones Ca^{2+} y Mg^{2+})

✎ Colocar 2 ml de la muestra de agua problema, en un matraz Erlenmeyer de 25 ml.

✎ Añadir 2 ml de solución amortiguadora y una pizca de negro de eriocromo T.

✎ Titular con la solución de EDTA, utilizando la microbureta, hasta que la tonalidad roja vire a azul intenso. Tomar nota del volumen gastado.

2.- Valoración de la solución de EDTA

- Colocar 1 ml de la solución de Ca^{2+} en un matraz Erlenmeyer de 25 ml.
- Añadir 2 ml de solución amortiguadora y una pizca de negro de eriocromo T.
- Titular con la solución de EDTA, utilizando la microbureta, hasta que la tonalidad roja vire a azul intenso. Tomar nota del volumen gastado.

3.- Titulación del blanco de reactivos

- Colocar 2 ml de agua destilada en un matraz de 25 ml.
- Añadir 2 ml de solución amortiguadora y una pizca de negro de eriocromo T.
- Titular con la solución de EDTA, utilizando la microbureta hasta que la tonalidad roja vire a azul intenso. Tomar nota del volumen gastado.

II. Técnica estandarizada

En un matraz Erlenmeyer colocar 25 mL de muestra y diluir a 50 ml con agua destilada. Agregar 1-2 ml de la solución amortiguadora y una pizca del indicador (sólido) o, 1 gota de solución de negro de eriocromo T. A continuación agregar lentamente el titulante con agitación continua, hasta que la tonalidad roja vire a azul intenso.

Tratamiento de datos

A partir de los datos obtenidos al valorar la solución de EDTA y considerando que cada ml de la solución estándar de carbonato de calcio equivale a 1 mg de CaCO_3 , determinar la dureza total en la muestra problema.

Si la dureza encontrada en el blanco de reactivos (agua destilada) es significativa, restarla del valor calculado para la muestra problema.

Cálculos

Valoración de la solución titulante de EDTA:

Por ejemplo, si para titular 2 mg de CaCO_3 se requirieron "x" ml de la solución titulante, entonces cada ml. de solución titulante equivale a:

$$\frac{2 \text{ mg CaCO}_3}{x \text{ ml}} = \text{mg CaCO}_3/\text{ml de solución de EDTA (titulante)}$$



Dureza de la muestra:

$$\text{mg CaCO}_3 / \text{L} = \frac{(A-A_0) B \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

A = ml de solución de EDTA gastados en la titulación de la muestra

A₀ = ml de solución de EDTA gastados en la titulación del blanco de reactivos

B = mg de CaCO₃ equivalentes a 1 mL de solución de EDTA (titulante)

Cuestionario

¿Qué problemas puede ocasionar la presencia de dureza en: a) agua potable; b) agua para usos industriales; c) agua para fines agrícolas; d) agua para fines recreativos?

¿Por qué la dureza se expresa en CaCO₃?

Bibliografía

1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.

2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.

3.- Centro Mexicano de Química en Microescala, Universidad Iberoamericana, Notas del curso, *Experimentos de Química Ambiental*, México.

4.- Norma Mexicana NMX-AA-072-SCFI-2001, Análisis de agua-Determinación de dureza total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

DIAGRAMA DE FLUJO

CLORUROS

Introducción

El ión cloruro está presente en la mayor parte de las aguas de origen natural. Su concentración en el agua dulce puede variar, desde apenas trazas (ppb) en las aguas de deshielo hasta 5 g/L, en algunos lagos; en el agua de mar se encuentran concentraciones aún mayores. Las aguas de descarga al drenaje municipal contienen cloruros que proceden de la dieta y son aportados por la orina y las heces humanas, por lo que la presencia de cloruros en el agua es un indicador de su probable contaminación con el drenaje. La concentración de cloruros también es elevada en el agua que ha sido tratada con exceso de cloro, para desinfectarla.

A concentraciones bajas, los cloruros no afectan la salud humana, pero el inconveniente es que a concentraciones superiores a 250 mg/L el agua tiene sabor "salado", que es objetable en el agua potable. En la industria el exceso de cloruros puede ocasionar corrosión en las instalaciones industriales e inhibir el crecimiento de las plantas. Las altas concentraciones de cloruro en aguas residuales, cuando éstas son utilizadas para el riego en campos agrícolas deteriora en forma importante la calidad del suelo e inhibe el crecimiento de las plantas.


Principio

En la determinación se utiliza el método argentométrico o de Mohr que es conveniente, se trata de aguas relativamente claras. En muestras coloridas se debe utilizar un método potenciométrico.

El método de Mohr se basa en precipitar al ión cloruro bajo la forma de cloruro de plata, utilizando al ión cromato como indicador. El cloruro de plata es una sal insoluble que se forma al agregar nitrato de plata al agua que contiene cloruros en solución; una vez que se agota el ión cloruro, el exceso de ión plata reacciona con el indicador lo que da lugar a la formación de un precipitado café rojizo, de cromato de plata.

En esta determinación los iones bromuro, yoduro y cianuro son interferentes y su concentración se suma a la del ión cloruro pero, en las cantidades presentes normalmente en el agua potable, su efecto es poco significativo.

Objetivo

 Determinar la presencia del ión cloruro y medir su concentración utilizando un método volumétrico (argentometría).



Equipo utilizado

a) Técnica de microescala

- Pipeta graduada, 2 ml (microbureta)
- Soporte para microbureta
- Pipeta graduada de 5 ml
- Jeringa de 5 ml con un tramo corto de tubo de hule (propipeta)
- 4 Matraces Erlenmeyer, 25 ml
- Vaso de precipitados, 20 ml
- Piseta con agua destilada
- Frasco para residuos

b) Técnica estandarizada

- Matraces Erlenmeyer, 250 ml
- Bureta, 25 ml
- Matraz volumétrico, 250 ml
- Espátula
- Pipeta serológica, 5 ml
- Probeta, 100 ml
- Frasco para residuos

Reactivos

- Solución estándar de cloruro de sodio 0.01 N
- Solución valorada 0.01 N de AgNO_3
- Indicador de cromato de potasio
- Agua destilada
- Muestra de agua (se puede utilizar agua mineral, sin gas). Testigo positivo

Preparación de soluciones

Solución estándar de cloruro de sodio 0.01N: 1 ml = 585 microgramos de NaCl. Pesar 585 mg de NaCl y aforar a un litro con agua destilada.

Solución valorada 0.01 N de AgNO_3 . Pesar 1.70 g de nitrato de plata y aforar a un litro con agua destilada. Se puede preparar volúmenes menores pesando la cantidad proporcional de AgNO_3 .

Indicador de cromato de potasio. Disolver 0.5 g de K_2CrO_4 en 10 ml de agua destilada.

Medidas de seguridad

Al contacto con el nitrato de plata aparecen manchas oscuras en la piel. El cromato de potasio es un material peligroso, ya que contiene cromo hexavalente. Los residuos líquidos de desecho de esta práctica son residuos peligrosos por lo que deben colectarse en el frasco destinado para este fin.

Procedimiento

a) Técnica de microescala

I. Valoración de la solución de AgNO_3

1. Colocar la microbureta en el soporte.
2. Enjuagar la microbureta con un pequeño volumen de la solución valorada de AgNO_3 . Depositar el "agua de lavado" en el frasco de residuos.
3. Llenar la microbureta hasta el aforo, con la solución valorada de AgNO_3 , haciendo uso de la propipeta.
4. Colocar 2 mL de la solución 0.01 N de cloruro de sodio en un matraz Erlenmeyer de 25 mL y añadir 2 a 3 gotas de indicador de cromato de potasio. La solución toma un color amarillo-naranja.
5. Agregar gota a gota la solución valorada de nitrato de plata, con agitación. La aparición de un tinte amarillo rosado indica el final de la titulación. Hacer la determinación por triplicado.
6. Con los datos obtenidos calcular la normalidad de la solución de AgNO_3 .

II. Medición de la concentración de cloruros en la muestra

1. Filtrar, usando papel filtro, el volumen suficiente de muestra para obtener 10-12 ml de líquido transparente. Si la muestra inicial es transparente, esta operación no es necesaria.
2. - Colocar 2 ml de la muestra filtrada en un matraz Erlenmeyer de 25 ml, agregarle 2 o 3 gotas de indicador y titularla con la solución valorada de AgNO_3 . Tomar nota del volumen gastado. Hacer la determinación por triplicado.
3. - Repetir el experimento usando, en lugar de la muestra problema, el mismo volumen de agua destilada. El resultado de esta determinación es el "blanco" de reactivos. Al calcular la concentración de cloruros en la muestra de agua deben restarse los ml gastados en el blanco, de los ml de titulante gastados en la muestra.

b) Técnica estandarizada

1. Tomar una muestra de 100 ml o diluir a 100 ml una alícuota apropiada. Las muestras con pH entre 7 y 10 se pueden titular directamente, en las que el pH se encuentran fuera de estos límites se debe ajustar la acidez agregando gotas de solución diluida de NaOH o de H_2SO_4 , según se necesite.
2. Agregar 1ml del indicador de K_2CrO_4 .
3. Titular la muestra con la solución valorada de nitrato de plata hasta el punto final



que se reconoce porque la solución toma color amarillo rojizo. Tomar nota de los ml consumidos.

4. Tratar de la misma manera un testigo de agua destilada (testigo negativo) y una muestra de agua mineral (testigo positivo). Tomar nota del gasto de titulante en cada una.

Posibles interferencias

En soluciones muy alcalinas (pH superior a 8) puede haber precipitación del ión Ag^{+1} bajo la forma de AgOH . Cuando el pH del agua es muy ácido, el ión cromato se convierte en dicromato y ya no actúa como indicador.

Cuando la muestra es colorida, se le debe dar un pretratamiento, de la manera que se describe en la norma oficial.

Cálculos

1.- Calcular la normalidad de la solución de nitrato de plata a partir de la normalidad de NaCl (0.01 N)

$$\text{Normalidad del titulante } \text{AgNO}_3 = \frac{\text{Volumen NaCl} \times \text{Normalidad NaCl}}{\text{ml de titulante } \text{AgNO}_3}$$

2.- Reste del volumen gastado en la muestra, el volumen gastado en el blanco y calcule la concentración del ión cloruro a partir de la normalidad del AgNO_3 usando la siguiente fórmula:

$$\text{mg Cl}^{-1}/\text{L} = \frac{(A-B) \times N \times 35450}{\text{ml de muestra}}$$

En la que:

A= ml de solución de AgNO_3 gastados en la muestra

B= ml de solución de AgNO_3 gastados en el blanco

N= normalidad de solución de AgNO_3

Cuestionario

1. ¿Por qué la solución de nitrato de plata debe almacenarse en un frasco ámbar?
2. ¿Cómo se trata una muestra de agua que tiene un pH de 5.3 para ajustar el pH al intervalo entre 7-10?
3. Escriba la reacción que ocurre cuando se forma el precipitado café rojizo.
4. Proponga un tratamiento para los residuos generados.

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*; 17th Edition, APHA, U.S.A, 1989.
- 3.- Centro Mexicano de Química en Microescala. Universidad Iberoamericana. 2000. Notas del curso "Experimentos de Química Ambiental". México
- 4.- Norma Mexicana NMX-AA-073-SCFI-2001. Análisis de agua-Determinación de cloruros totales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba.



DIAGRAMA DE FLUJO



SULFATOS Y SULFUROS

Introducción

El ión sulfato es uno de los aniones más abundantes en las aguas naturales. Su presencia es importante en los abastecimientos públicos de agua debido a su efecto catártico en los humanos, cuando está presente en concentraciones altas; es por esta razón que el límite máximo permitido en el agua potable es de 250 mg/L. La presencia de sulfatos en los abastecimientos públicos e industriales, es importante debido a la tendencia de las aguas que los contienen, a formar incrustaciones en calderas e intercambiadores de calor. Los sulfatos son importantes en el tratamiento de aguas residuales, porque son directamente responsables de dos problemas: el olor y la corrosión de las instalaciones hidráulicas destinadas a aguas de desecho, debido a la reducción que se presenta en condiciones anaerobias de los sulfatos a ácido sulfhídrico, . La concentración de sulfatos es elevada en lixiviados de zonas mineras.

Debido a que en presencia de materia orgánica, algunas bacterias reducen el ión sulfato a ión sulfuro, las muestras con altos niveles de contaminación por materia orgánica deben analizarse inmediatamente o mantenerse almacenadas a 4 °C.

Principio

Los sulfatos presentes en el agua se precipitan como sulfato de bario insoluble. El precipitado formado puede determinarse por gravimetría o por espectrofotometría, en ambos casos debe controlarse el pH (4.5 a 5.0) ya que la solubilidad del sulfato de bario aumenta con la acidez del medio, en tanto que en soluciones con pH próximo a 7 precipitan además del sulfato, el carbonato y el fosfato de bario.

En la técnica gravimétrica se procura que se formen cristales relativamente grandes que puedan ser retenidos en papel filtro sin ocluir los poros del mismo. En tanto que en la técnica fotométrica el propósito es obtener microcristales de tamaño uniforme que se mantengan en suspensión homogénea, de modo que se pueda comparar la turbidez de la muestra (absorbancia) con la de una serie de estándares de concentración conocida.

A continuación se describe la técnica fotométrica, seleccionada para este curso por su sencillez y la facilidad de determinar en corto tiempo mayor número de muestras o réplicas que las que podrían medirse si se usara con la técnica gravimétrica.

Objetivo

Identificar la presencia de sulfatos y medir su concentración por un método fotométrico .



Material

- Agitador magnético y barra magnética
- Espectrofotómetro (420 nm)
- Cronómetro
- Probetas de 25 y 100 ml
- Cucharilla medidora (capacidad 0.2 a 0.3 ml)
- 3 Matraces Erlenmeyer de 250 ml
- Matraces aforados de 100, 250 y 1000 ml

Reactivos

- Agua destilada
- Solución buffer
Disolver en aproximadamente 125 ml. de agua destilada: 7.5 g de cloruro de magnesio ($MgCl_2 \cdot 6 H_2O$), 1.25 g de acetato de sodio ($CH_3COONa \cdot H_2O$), 0.25 g de nitrato de potasio (KNO_3) y 5 ml de ácido acético concentrado (CH_3COOH , pureza 99 %). En muestras con baja concentración de sulfatos (menor a 10 mg/L), debe adicionarse a la solución buffer una pizca (0.3 g) de sulfato de sodio (Na_2SO_4)
- Solución estándar de sulfatos.
Se puede preparar:
 - a) aforando a 100 ml 10.41 ml de solución 0.02 N de H_2SO_4 o,
 - b) pesando 0.1479 g de sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4) y aforando a 1000 ml con agua destilada. Un ml de solución estándar contiene 100 μg de SO_4^{2-} , que son 0.1 mg/ml, o bien, 100 mg/L
- Cloruro de bario sólido ($BaCl_2$) microcristalino, 20 a 30 mallas

Procedimiento

1. Coloque 100 ml de muestra (incolora y transparente) en un matraz de 250 ml
2. Introduzca la barra magnética y agregue 20 ml de la solución buffer
3. Conecte el agitador magnético a una velocidad tal que mantenga homogeneizada la mezcla sin que ocurran salpicaduras
4. Agregue una "cucharilla" de cristales de cloruro de bario. Mantenga la agitación durante 60 ± 2 segundos, sin variar la velocidad.
5. Una vez transcurrido el tiempo de agitación, lea la absorbancia a 420 nm antes de que hayan transcurrido 5 minutos.



6. Compare la absorbancia con los datos de la curva patrón, obtenidos como se describe a continuación.

Curva patrón

Someta al mismo procedimiento una serie de diluciones de SO_4^{2-} preparadas a partir de la solución estándar. Para ello afore a 100 ml: 0, 5, 10, 20 y 40 ml de la solución patrón; estas diluciones contienen 0, 5, 10, 20 y 40 mg de SO_4^{2-} /L.

Medidas de seguridad

El cloruro de bario, al igual que las demás sales solubles de bario, es tóxico si se le ingiere.

$$\text{mg de SO}_4^{2-} / \text{L} = \frac{\text{mg SO}_4^{2-} \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Cálculos

Si además de medir la concentración de sulfatos, generados por la reducción bacteriológica de los sulfatos, se puede utilizar la técnica que se describe a continuación.

SULFUROS

Es frecuente encontrar sulfuros en aguas termales y en descargas municipales con alto contenido de materia orgánica. Los sulfuros pueden aparecer como sales de metales alcalinos o como ácido sulfúrico (H_2S). El H_2S es un gas de olor desagradable y sumamente tóxico, que forma sulfuros insolubles con algunos metales, lo que puede ponerse de manifiesto como manchas, arenillas e incrustaciones en los depósitos y tuberías de agua. La presencia de sulfuros se puede reconocer por su reacción con una sal de antimonio (análisis cualitativo).

Procedimiento

Agregar a una muestra de 200 ml de agua problema, 0.5 ml de solución saturada de tartrato doble de potasio y antimonio y 0.5 ml de de HCl 6N (dilución 1:1). La solución final debe ser alcalina a la fenolftaleína. En presencia de sulfuros se forma sulfuro de antimonio (Sb_2S_3) de color amarillo. El ión plomo interfiere la reacción conduciendo a resultados falsos negativos.



Esta prueba permite detectar concentraciones hasta de 0.5 mg/l de sulfuros. Se pueden obtener resultados semicuantitativos comparando la muestra con una serie de soluciones de concentración conocida de sulfuro de sodio.

Cuestionario

1. Investiga bibliográficamente los posibles problemas la presencia de sulfatos y de sulfuros en agua destinada al consumo humano y en agua destinada a la recreación.
2. Identifica bibliográficamente algunos de los problemas que puede ocasionar la presencia de estos iones en instalaciones industriales.
3. En tu opinión; ¿es peligroso bañarse en aguas termales, como las que hay en algunas de las pozas consideradas curativas?

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Centro Mexicano de Química en Microescala. Universidad Iberoamericana, Notas del curso, *Experimentos de Química Ambiental*, México, 2000.
- 4.- Norma Mexicana NMX-AA-074--1981. Análisis de agua-Determinación del ión sulfato.
- 5.- Norma Mexicana NMX-AA-084-1982. Análisis de agua-Determinación de sulfuros.

Fecha:

—D
—M
—A

Grasas y Aceites

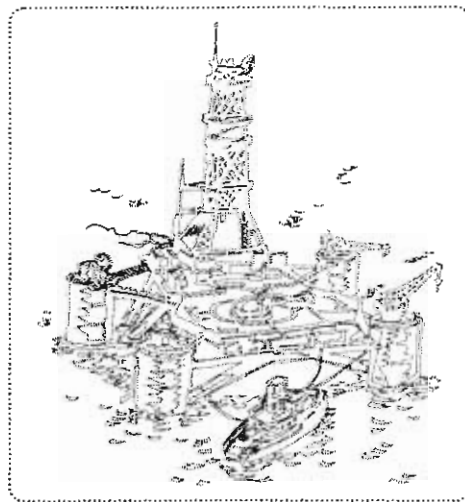




DIAGRAMA DE FLUJO



GRASAS Y ACEITES

Introducción

El contenido de aceites y grasas en los residuos domésticos y en algunos residuos industriales es una consideración importante en la manipulación y el tratamiento de estos materiales para su disposición final. La escasa solubilidad de grasa y aceites en agua y su tendencia a separarse de la fase acuosa, facilitan su separación mediante sistemas de flotación. Cuando están presentes en el agua dificultan el transporte de los residuos por las tuberías, su destrucción en las unidades de tratamiento biológico y su disposición en las aguas receptoras.

El contenido de compuestos solubles en disolventes orgánicos (grasas y aceites) en las aguas de desecho, es un factor que debe considerarse cuando se diseñe un sistema para el tratamiento de aguas de descarga. Debido a su insolubilidad en agua y a su baja densidad, las grasas flotan y en los sistemas de tratamiento biológico sólo se oxidan parcialmente. Su presencia puede formar depósitos que obstruyen el libre flujo del líquido en las tuberías.

El término “aceites y grasas” abarca una amplia variedad de sustancias orgánicas, ya que incluye todas las sustancias son solubles en hexano o en triclorotrifluoroetano (freon) e insolubles en agua, entre las que se pueden mencionar: lípidos de origen biológico, hidrocarburos, ésteres, grasas, aceites, ceras y ácidos orgánicos de peso molecular elevado.

Los ácidos grasos están presentes, generalmente, bajo la forma de jabones insolubles de calcio o de magnesio, por lo que, para determinarlos las muestras de agua se deben someter a hidrólisis ácida, antes de la extracción. El manejo de los disolventes mencionados representa un riesgo para la salud debido a que sus vapores pueden dañar las células hepáticas, por lo que se recomienda trabajar dentro de la campana de extracción; el éter etílico tiene el inconveniente de ser fácilmente inflamable.

La elección del disolvente depende del equipo e instalaciones disponibles que, junto con la concentración esperada del analito, determinan la técnica a utilizar:

- 1.Extracción en frío (embudo de separación y disolvente más pesado que el agua) cuando la concentración de grasas y aceites que se espera es relativamente baja.
- 2.Extracción continua a reflujo (equipo Soxhlet y disolvente que puede ser más o menos pesado que el agua) cuando las grasas y aceites pudieran estar presentes en concentraciones muy elevadas o en forma de ceras o aceites minerales de alto peso molecular y por tanto, difíciles de disolver, por ejemplo, aguas que fueron contaminadas por derrames masivos de petróleo o de desechos industriales.

La presencia de grasas y aceites es objetable en agua destinada al consumo humano y causa contaminación visual. En aguas utilizadas para fines recreativos (albercas) se pueden encontrar cantidades importantes de grasas y aceites, tanto de origen Como de origen mineral. La medición de grasas y aceites es un parámetro útil que debe tomarse en consideración al diseñar sistemas de tratamiento de agua.



Principio

Todos los métodos para la determinación de los aceites y las grasas dependen de la solubilidad específica de los materiales grasos en disolventes orgánicos no polares. El uso de disolventes de bajo punto de ebullición permite determinar la masa del material extraído al eliminar el disolvente. El hexano y el triclorotrifluoroetano (freón) son los disolventes de elección debido a su alta selectividad aunque el uso del freón no es recomendable por su efecto sobre el ozono de la estratosfera. Otros disolventes no polares, como el cloroformo, disuelven parcialmente los hidrocarburos. Los hidrocarburos absorben selectivamente la radiación infrarroja, lo que hace que sea fácil su medición específica.

En aguas muy contaminadas, la muestra previamente acidulada se filtra y el material retenido en el filtro (grasas sólidas y demás materiales insolubles) es secado en estufa a 103 °C, antes de ser sometido a extracción continua con hexano caliente, durante 4 horas. Para medir la concentración de grasas y aceites en muestras de agua que contienen niveles "normales" de estas sustancias puede ser suficiente la extracción simple en frío, usando para ello un embudo de separación.

En ambas técnicas, extracción en caliente o en frío, al evaporar el disolvente se pierden los compuestos de bajo peso molecular que tienen presión de vapor elevada, como las gasolinas. En aguas que se pueden considerar "limpias" y cuya apariencia hace presumir la ausencia de grasas y aceites, no se acostumbra medir este parámetro.

Objetivo

✍ Medir la cantidad de "aceites y grasas" presente en una muestra de agua problema, por a) la técnica de extracción en frío o, b) la técnica de extracción continua, en caliente.

✍ Equipo utilizado

a) Extracción en frío

- 2 Embudos de separación de 1000 ml
- 2 Anillos de fierro
- 2 Soportes
- Probeta de 250 ml
- Probeta de 50 ml
- Pipeta de 1 ml
- 2 matraces de fondo redondo de 250 ml, con boca esmerilada 24/40
- Balanza analítica

b) Extracción en caliente.

- Aparato de extracción Soxhlet (Figura 3)
- Parrilla eléctrica
- Embudo Büchner de 11 cm de diámetro
- Pinzas para crisol
- Vidrio de reloj
- Matraz Kitasato de 2 L
- Perlas de vidrio
- Bomba de vacío y aditamentos para filtración al vacío
- Balanza analítica

- Estufa para secado, mantenida a 103 °C
- DeseCADOR
- Pinzas para crisol
- Rotavapor

- Estufa para secado, mantenida a 103 °C
- DeseCADOR
- Pinzas para crisol
- Rotavapor
- 2 matraces de fondo redondo de 100 ml, con boca esmerilada 24/40

Reactivos

a) Extracción en frío

- Tetracloruro de carbono (CCl₄) o cloroformo (CHCl₃)
- Ácido clorhídrico (HCl) 1:1
- Na₂SO₄ anhidro
- Papel pH
- Algodón
- Muestra de agua
- Perlas de vidrio

b) Extracción en caliente

- Hexano
- HCl concentrado
- Cartuchos de extracción (de celulosa)
- Papel filtro, Whatman Núm. 40 o similar, de 11 cm de diámetro
- Discos de tela de muselina, de 11 cm de diámetro
- Suspensión auxiliar de filtración (10 g de sílice de diatomeas /L de agua destilada)

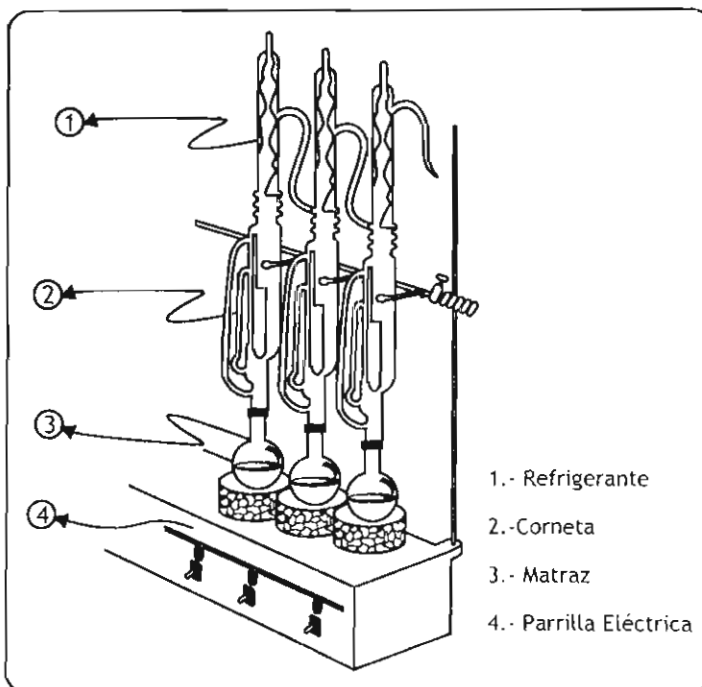


Fig. 5
Equipo Soxhlet de extracción de grasas y aceites



Procedimiento

a) Extracción en frío

1. Colocar 2 perlas de vidrio en un matraz de boca esmerilada perfectamente seco. Pesar el conjunto en la balanza analítica.
2. Tomar una muestra de 1 litro en un recipiente marcado para indicar dicho volumen. Si se va a hacer más de una determinación tomar cada muestra por separado. No utilizar alícuotas.
3. Agregar HCl suficiente para que el pH descienda a 2 o menos, generalmente es suficiente con 5 ml de ácido.
4. Vaciar en cada embudo de separación, más o menos la mitad de la muestra y agregar en el primer embudo, aproximadamente 30 ml del disolvente (cloroformo o tetracloruro de carbono).
5. Agitar vigorosamente el embudo para asegurar el contacto íntimo entre la muestra y el disolvente. Dejar reposar para que se separen las capas.
6. Recibir la capa inferior en el segundo embudo y agitar nuevamente. Dejar reposar para que se separen las capas.
7. Vaciar el extracto de la capa inferior del segundo embudo en el matraz previamente pesado, filtrándolo a través de un cono de papel filtro que contenga una pequeña cantidad (aprox. 1 g) de sulfato de sodio anhidro en polvo.
8. Repetir la extracción agregando al primer embudo 30 ml de cloroformo y proceder como se indica en los pasos 6 y 7. Filtrar pasar este segundo extracto en el mismo cono de papel con sulfato de sodio. Recibirlo en el matraz que ya contiene el primer extracto.
9. Evaporar el disolvente en el rotavapor manteniendo la temperatura del baño de agua a menos de 70°C.
10. Una vez eliminado el disolvente pesar el matraz que ahora contiene las grasas y aceites extraídos.
11. El extracto puede utilizarse para determinar el contenido específico de hidrocarburos.

En muestras que contienen hidrocarburos volátiles, éstos se perderán al calentar el extracto para eliminar el disolvente. Si se desea conocer su concentración, los extractos clorofórmicos deben reunirse en un matraz aforado y completar hasta el aforo, con cloroformo. Al hacer un barrido de esta solución, en el infrarrojo (3200 a 2700 cm^{-1}) se cuantifican los HC.

b) Extracción en caliente

1. Tomar una muestra de 1 litro de agua en un recipiente marcado para indicar dicho volumen. Si se va a hacer más de una determinación tomar cada muestra por separado. No utilizar alícuotas.

2. Agregar HCl suficiente para que el pH descienda a 2 o menos, generalmente es suficiente con 5 ml de ácido.
3. Pesar el matraz del Soxhlet (bola), perfectamente limpio y seco, incluyendo 3-5 perlas de vidrio.
4. Colocar, un círculo de muselina cubriendo el fondo del embudo Buchner. Sobreponerle un círculo de papel filtro (el fondo debe quedar cubierto sin que los filtros sobresalgan sin sobresalir hacia las paredes). Humedecer con agua destilada presionando con el agitador para extenderlo sin que queden pliegues.
5. Aplicar vacío y hacer pasar 100 ml de la suspensión de tierra de diatomeas-sílica gel. Lavar el material filtrante con agua destilada. Mantener el vacío hasta que ya no se observe la filtración de agua.
6. Filtrar la totalidad de la muestra acidulada. Mantener el vacío hasta que ya no se observe la filtración de agua.
7. Con unas pinzas retire el papel filtro y colóquelo en un vidrio de reloj. Si hay material adherido al círculo de muselina, con las pinzas colóquelo sobre el papel filtro. Si en las paredes del embudo Buchner se observan restos de grasa, límpielas con un trozo pequeño de papel filtro mojado en cloroformo o tetracloruro de carbono e incorpore estos fragmentos al vidrio de reloj.
8. Introduzca en un cartucho para Soxhlet el papel filtro y transfiera cuantitativamente cualquier material presente en el vidrio de reloj.
9. Seque el cartucho dejándolo en la estufa durante 30 minutos a 103°C. Llene el cartucho con fibra de vidrio.
10. Introduzca el cartucho en el extractor de Soxhlet. Coloque el volumen necesario de disolvente (hexano) en el matraz previamente pesado. Deje funcionar el aparato durante 4 horas, a una velocidad de 20 ciclos/hora.
11. Evaporar el disolvente en el rotavapor manteniendo la temperatura del baño de agua por debajo de 70°C.
12. Una vez que se haya evaporado la totalidad del disolvente pesar el matraz que contiene las grasas y aceites que fueron extraídos.
13. El extracto obtenido puede utilizarse para conocer la concentración de hidrocarburos.

En muestras que contienen hidrocarburos volátiles, éstos se perderán al calentar el extracto para eliminar el disolvente. Si se desea determinarlos, los extractos clorofórmicos deben reunirse en un matraz aforado y el volumen completado con cloroformo. Con esta muestra se hace un barrido en el infrarrojo, en el intervalo de 3200 a 2700 cm^{-1} , para determinar la concentración de hidrocarburos.



Determinación de hidrocarburos

El extracto obtenido en cualquiera de las técnicas descritas anteriormente, puede utilizarse para conocer la concentración de hidrocarburos. El extracto contiene tanto los lípidos de origen orgánico como los hidrocarburos. Los lípidos orgánicos, relativamente polares, son removidos selectivamente de la solución cuando se le agrega sílica gel.

Material

- Balanza de precisión
- Agitador magnético y barra
- Embudo de vidrio
- Rotavapor

Reactivos

- Disolvente (tetracloruro de carbono o cloroformo)
- Sílica gel
- Papel filtro

El procedimiento consiste en redissolver el extracto en (aproximadamente 100 mL de cloroformo o tetracloruro de carbono y agregar a la solución 3 g de sílica gel. Agitar durante 5 minutos en un agitador magnético. Los hidrocarburos estarán disueltos en la solución, lo que permite determinarlos directamente sometiendo a barrido en el infrarrojo la solución sobrenadante, o eliminando por filtración la sílica gel y evaporando en el rotavapor el líquido transparente. El matraz debe haber sido previamente pesado para determinar, por diferencia de peso, la masa correspondiente a los hidrocarburos.

Posibles interferencias

Durante la evaporación se pierden, junto con el hexano, las sustancias de bajo peso molecular y las que tienen presión de vapor elevada, como las gasolinas.

En aguas muy contaminadas la extracción en frío puede ser insuficiente por lo que en esos casos debe recurrirse a la técnica de extracción en caliente.

Medidas de seguridad

Al hacer una extracción en embudo de separación, el hexano y los demás disolventes volátiles pueden crear presión en el interior del embudo, lo que hace necesario “ventearlo”, abriendo la llave después de cada agitación. Mientras se está esperando que las fases se separen, se deben mantener destapados los embudos, al igual que cuando se está descargando el líquido. Manejar con cuidado el ácido clorhídrico concentrado. El hexano es un líquido inflamable. En esta técnica el disolvente se recupera por destilación y puede ser reutilizado.

Cálculos

Relacionar el peso del extracto (residuo “graso”) con el volumen de la muestra de agua utilizada.

Cuestionario

1. ¿Qué son las grasas y qué son los aceites de origen orgánico?
2. ¿Cuáles son los aceites de origen no orgánico?
3. ¿Qué son los hidrocarburos?
4. ¿Cómo se contaminan con hidrocarburos las aguas naturales y las aguas tratadas?
5. ¿Qué problemas ambientales se asocian con la presencia de “grasas y aceites” en las aguas?
6. De los disolventes mencionados ¿cuáles son menos densos (flotan) y cuáles son más densos que el agua (se van al fondo)?
7. ¿Para qué se coloca sulfato de sodio anhidro en el filtro a través del cual se hace pasar la capa inferior (orgánica) del embudo de separación?



Bibliografía

1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill. U.S.A., 1978.

2.- Standard methods, *Port City Pres*, U.S.A., 1989.

3.- Norma Mexicana NMX-AA-005-SCFI-2000 Análisis de agua determinación de grasas y aceites recuperables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.

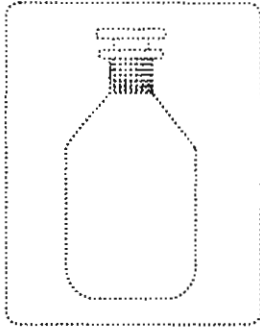
4.- Norma Mexicana NMX-AA-117-SCFI-2001 Análisis de agua determinación de hidrocarburos totales del petróleo (HTP's) en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas. Método de prueba.

Fecha:

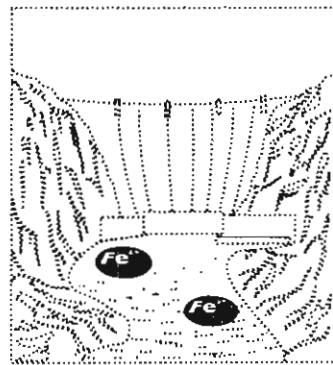
D

M

A



Oxígeno disuelto



Hierro



DIAGRAMA DE FLUJO

OXÍGENO DISUELTO

Introducción

Todos los organismos vivientes dependen de una u otra forma del oxígeno para mantener los procesos metabólicos que producen la energía para el crecimiento y la reproducción. Los procesos aerobios son de gran interés debido a su necesidad de oxígeno libre.

A los ingenieros ambientales les interesan las condiciones atmosféricas relacionadas con el ser humano pero además les incumben las condiciones atmosféricas de los líquidos en especial del agua. Todos los gases atmosféricos son, en cierta medida solubles en el agua. El oxígeno está catalogado como escasamente soluble y su solubilidad es directamente proporcional a la presión parcial y a la temperatura del agua.

La solubilidad del oxígeno atmosférico en el agua dulce varía desde 14.6 mg/L a 0 °C hasta 8.4 mg/L a 25 °C, es decir, la solubilidad es menor a temperaturas elevadas, condiciones en las que es mayor la actividad biológica. En agua de mar, debido a las altas concentraciones del ión cloruro (20 g Cl⁻ /L), la solubilidad del oxígeno disminuye alrededor de 20%. El factor más importante que limita la capacidad de purificación de las aguas contaminadas es la baja solubilidad del oxígeno y es necesario el tratamiento de los desechos para remover la materia contaminante antes de descargarlas a las corrientes receptoras. En los procesos de tratamiento biológico aerobio la solubilidad limitada del oxígeno tiene gran importancia porque determina la velocidad de absorción del oxígeno y, por tanto, el costo de la aireación.

La determinación del O.D. se utiliza para mantener el control de las condiciones aerobias en las aguas naturales que reciben material contaminante y en los procesos aerobios de tratamiento que se utilizan para purificar las aguas residuales domésticas e industriales. Las determinaciones de O.D. son la base del análisis de la demanda bioquímica de oxígeno, medición importante para evaluar la magnitud de la contaminación de los desechos líquidos de origen doméstico e industrial.

Principio

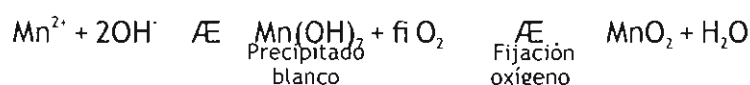
La concentración de oxígeno disuelto se puede medir directamente con un electrodo específico dotado con una membrana permeable a este gas. Aunque esta técnica no está aceptada como norma oficial, es útil como control interno de este parámetro de calidad del agua. El método aceptado oficialmente es el método de Winkler, mismo que se describe en la norma oficial (NMX-AA-012-SCFI-2001).

La muestra de agua debe haber sido colectada el mismo día en que se va a hacer la determinación, para evitar que el oxígeno que está disuelto disminuya al ser utilizado por



los microorganismos. Debe procurarse que al coleccionar el agua, la botella se mantenga libre de burbujas de aire que podrían interferir en la determinación. En aguas en que se presume la existencia de nitritos, conviene utilizar la técnica modificada con azida, sustancia que evita dicha interferencia.

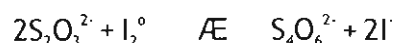
La técnica de Winkler consiste en añadir a la muestra de agua, en la misma botella en que se hizo el muestreo, sulfato manganoso y una solución de yoduro alcalino, al disolverse el sulfato manganoso se liberan iones manganoso (Mn^{2+}) que reaccionan con los iones hidroxilo formándose un sólido insoluble blanco.



El manganoso es oxidado por el oxígeno disuelto, dando lugar a la formación de óxido mangánico (MnO_2) en el paso denominado fijación del oxígeno. Al añadir ácido sulfúrico a la solución, los iones yoduro (I^{-}) reaccionan con el óxido de manganoso y son reducidos a yodo libre. La solución toma color amarillo o café, dependiendo de la cantidad de yodo que se formó.



En las reacciones anteriores se observa que por fi molécula de O_2 disuelto en la muestra de agua, se libera una molécula de yodo. La titulación con tiosulfato de sodio reduce el yodo a ión yoduro. El almidón (indicador) adsorbe el yodo libre (I_2), adquiriendo una tonalidad azul. La coloración azul desaparece cuando se agota todo el yodo transformándose en ión yoduro por reacción con el tiosulfato.



En resumen, por cada molécula de oxígeno que reaccione con el ión manganoso, se formarán dos moléculas de yodo libre.

Cuando una muestra de agua no contiene oxígeno disuelto, el precipitado que se forma al alcalinizarla, es de color blanco $Mn(OH)_2$; la determinación se da por terminada puesto que no hay oxígeno que medir ya que cuando el agua contiene oxígeno, el precipitado (MnO_2) que se forma es de color café.

Objetivo

Medir la concentración de oxígeno disuelto en una muestra de agua, por titulación.



Equipo utilizado

a) Técnica de microescala

- 4 Frascos Winkler de 60 ml
Se pueden sustituir por frascos con tapón esmerilado
- 2 Vasos de 100 ml
- Parrilla
- 4 Pipetas graduadas de 1 ml
- Pipeta de 25 ml
- 4 Matraces Erlenmeyer de 125 ml
- Piseta con agua destilada
- Viales de 7 a 10 mL, con tapa hermética
- Microbureta (pipeta de 2 ml graduada en 0.01)
- Soporte para microbureta

b) Técnica estándar

- Matraz volumétrico, 250 ml
- Matraz Erlenmeyer, 500 ml
- Frasco de Winkler
- Bureta, 25 ml
- Pipeta volumétrica, 20 ml
- Pipeta serológica 5 ml
- Espátula
- Probeta, 10 ml
- Probeta, 100 ml
- Frasco para residuos

Reactivos

- Solución de cloruro manganoso ($MnCl_2$) o sulfato manganoso ($MnSO_4$) 0.22 M
- Solución alcalina de yoduro 0.3 M
- Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.002 M
- Almidón en polvo (se puede utilizar solución indicadora)
- Ácido sulfúrico concentrado
- Agua saturada con oxígeno (M_1)
- Agua libre de oxígeno (M_2)
- Muestra de agua problema (M_3)

Preparación de soluciones

✍ Solución de cloruro o sulfato manganoso 0.22 M

✍ Para preparar 100 ml de solución: disolver 36.4 g de $MnSO_4 \cdot H_2O$, ó 40 g de $MnSO_4 \cdot 2H_2O$ ó 48 g de $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ en agua destilada y aforar a 100 ml.

✍ Solución alcalina de yoduro 0.3 M.

✍ Se puede preparar disolviendo 50 g de NaOH ó 70 g de KOH con 13.5 g de NaI ó 15 g de KI en agua destilada, diluir a 100 ml.

✍ Solución de tiosulfato de sodio 0.025 M: Disolver en agua destilada recién hervida y fría 6.205 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, agregar 0.4 g de NaOH y aforar a un litro.



Procedimiento

I.- Técnica de microescala

A) Preparación de las muestras

➤ M_1 (agua saturada con oxígeno). Se colocan aproximadamente 100 ml de agua destilada en un vaso de precipitados y se le hace burbujear aire lentamente durante 5-10 minutos.

➤ M_2 (agua libre de oxígeno). Se colocan aproximadamente 100 ml de agua destilada en un vaso de precipitados y se le hace hervir durante 5-10 minutos. Dejarla enfriar evitando el contacto con el aire.

➤ M_3 (muestra problema). Colectar la muestra (por duplicado) en un frasco Winkler o en un frasco esmerilado. El recipiente se llena completamente hasta que se derrame y se tapa inmediatamente; no debe quedar aire en el interior. Fijar la muestra *in situ* o llevarla rápidamente al laboratorio para proceder al análisis.

Hacer primero la determinación de las muestras problema. Fijar (como se menciona posteriormente) y después hacer la determinación en las muestras M_1 y M_2 .

b) Medición de la concentración de oxígeno disuelto

1. Muestras problema. Técnica oficial, en volumen reducido

➤ En el mismo frasco en que se colectó la muestra, agregar 0.5 ml de la solución de sulfato manganoso y 0.5 ml de la solución de yoduro alcalino. Ambas adiciones se hacen introduciendo la punta de la pipeta en el líquido.

➤ Se coloca el tapón con cuidado para evitar burbujas dentro del frasco. Se agita el frasco varias veces, por inversión.

➤ Se deja que se sedimente el precipitado (aproximadamente 2/3 de la altura del frasco).

➤ Se destapa con cuidado el frasco y se le agregan, escurriendo por la pared, 0.5 ml de ácido sulfúrico concentrado. Se tapa nuevamente y se agita hasta que el precipitado se disuelva por completo (hasta aquí se considera que se ha fijado el oxígeno).

➤ Se deja reposar 5 minutos y se toma, con pipeta, un volumen (alícuota) de 25 ml. Se titula con la solución de tiosulfato de sodio hasta un color amarillo paja.

➤ Se adiciona, con la punta de la espátula, una pizca de almidón en polvo. La solución toma un color azul intenso. Se continúa la titulación hasta la desaparición del color azul, tomando nota de los ml de tiosulfato de sodio gastados en total.

➤ Se hace un duplicado con otra alícuota de 25 ml.



2. Muestras de concentración conocida (M_1 y M_2). Técnica de microescala

- ✎ Enjuagar un vial, usando una pequeña cantidad de muestra. Llenarlo completamente, hasta el borde evitando en lo posible la transferencia de oxígeno del aire.
- ✎ Añadir, introduciendo la punta de la pipeta (o de la aguja) en el líquido, 0.2 ml de la solución de sulfato de manganeso y 0.2 ml de la solución de yoduro alcalino.
- ✎ Tapar inmediatamente y mezclar el contenido invirtiendo repetidamente el vial. Se observa la formación de un precipitado.
- ✎ Añadir, con cuidado, 0.2 ml de ácido sulfúrico concentrado. Tapar y mezclar por inversión. El precipitado debe disolverse, de no ser así añadir una o dos gotas más de ácido.
- ✎ Vaciar la mezcla de reacción en un matraz Erlenmeyer de 50 ml. Si el color de la solución es amarillo intenso, adicionar gota a gota, solución de tiosulfato hasta que tome el color amarillo pálido requerido para agregar el almidón.
- ✎ Agregar una pizca (la punta de una espátula) de almidón sólido (indicador) para que se forme el complejo de color azul oscuro y, seguir agregando solución de tiosulfato, gota a gota, hasta la primera desaparición del color azul. Tomar nota del volumen gastado. Hacer la determinación por duplicado.
- ✎ Proceder de igual manera con todas las muestras.
- ✎ Determinar el volumen del vial.

II. Técnica estándar

- ✎ Tomar la muestra en un frasco Winkler (300 ml) , llenar totalmente hasta que se derrame.
- ✎ Agregar a la muestra, en el mismo frasco de Winkler en que se recolectó, 2 ml de sulfato manganoso y 2 ml de álcali-yoduro-alcalino, haciendo ambas adiciones abajo de la superficie del líquido. Colocar el tapón evitando la formación de burbujas, y mezclar varias veces por inversión y dejar sedimentar el precipitado formado, hasta aproximadamente 2 tercios de altura del frasco.
- ✎ Destapar cuidadosamente el frasco y agregar en seguida, 2 ml de H_2SO_4 concentrado, dejando que el ácido escurra por el cuello del frasco, volver a tapar y mezclar, por inversión, hasta disolución completa. Hasta este paso se considera que se ha fijado el oxígeno.
- ✎ Tomar un volumen de 100 ml de la muestra con el oxígeno fijado y titular con el tiosulfato hasta un color paja pálido, agregar una pizca de almidón en polvo y continuar la titulación hasta la primera desaparición del color azul.



Posibles interferencias

Los resultados que se obtienen con la reacción de Winkler están sujetos a diversas interferencias, por lo que sólo son confiables en muestras de agua relativamente puras. Por ejemplo, ciertos agentes oxidantes, como los nitritos y el Fe^{3+} , pueden oxidar el ión yoduro a yodo, lo que conduce a valores altos de O.D.; agentes reductores como el Fe^{2+} , los sulfitos y los sulfuros, conducen a resultados bajos de O.D.

La concentración de la solución valorada de tiosulfato de sodio se modifica por la actividad bacteriana y por la captura de bióxido de carbono del aire. Para evitar estos problemas se le agregan 0.4 g de NaOH por litro, al prepararla.

Medidas de seguridad

Los desechos contienen materiales potencialmente tóxicos, pero dada su baja concentración se pueden descargar directamente en el drenaje.

Cálculos

$$\text{O.D. mg/L} = \frac{a \times N \times 8000}{b}$$

a= ml de tiosulfato gastados

N= normalidad del tiosulfato de sodio

b= ml de muestra

Corregir los resultados restando de las muestras M_1 y M_3 el volumen de tiosulfato de sodio gastado en la muestra M_2 (blanco de reactivos).

Cuestionario

¿Qué factores afectan la solubilidad del oxígeno en el agua?

¿Cuál es la concentración de O.D. a 25 °C en el agua saturada con oxígeno en la Cd. de México. Presión atmosférica 586 mm Hg?

¿Qué nos indica la formación de un precipitado blanco en lugar del precipitado café característico?

¿Por qué es necesario hacer la medición de O.D. lo más pronto posible después de haberse colectado la muestra? De no hacerse así, ¿se esperarán valores altos o valores bajos en relación con el valor real?



Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N.; McCarty, P.L., *Chemistry for Environmental Engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- Standard Methods, Port City Press, U.S.A., 1989.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-012-SCFI-2001. Análisis de agua.- Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba.



DIAGRAMA DE FLUJO

HIERRO

Introducción

El hierro, al igual que el manganeso, representa un problema en los sistemas de abastecimiento público de agua. Aunque estos elementos no provocan daños a la salud, son objetables en el agua ya que el agua contaminada aparece turbia y tiene un sabor característico. La presencia de sales de hierro mancha las tuberías y ocasiona dificultades en los sistemas de conducción debido a que favorece el crecimiento de bacterias ferruginosas. El agua que se destina al abastecimiento público no debe contener más de 0.3 mg de hierro /L.

En la naturaleza, las especies consideradas importantes desde el punto de vista ambiental son el hierro ferroso Fe^{2+} y el hierro férrico Fe^{3+} , que pueden encontrarse tanto en forma orgánica como inorgánica. El hierro orgánico forma parte de compuestos organometálicos, complejos húmicos y se presenta bajo la forma de partículas coloidales

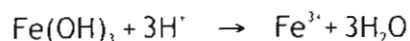
El ión ferroso (Fe^{2+}) es soluble y se encuentra en ambientes anaerobios, por ejemplo, cuerpos de agua en que no hay oxígeno disuelto. Su origen son las aguas superficiales o las minas. El hierro ferroso se oxida a hierro férrico al exponerse al oxígeno del aire o a sustancias oxidantes, y esa especie química reacciona con el agua formando hidróxido férrico, insoluble.

El ión férrico (Fe^{3+}) es insoluble en el agua, a menos que el pH sea fuertemente ácido o que haya iones capaces de formar complejos metálicos.

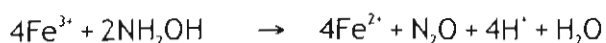
Principio

El método de la fenantrolina se basa en convertir todo el hierro presente a la forma soluble Fe^{2+} . Para reducir el ión férrico, la muestra de agua se trata con hidroxilamina en medio ácido. El ión ferroso originalmente presente, más el que se obtuvo por reducción del ión férrico, se hacen reaccionar con 1,10-fenantrolina para formar un complejo colorido que se puede determinar en el espectrofotómetro.

El tratamiento con hidroxilamina es necesario ya que las muestras de agua que se analizan, usualmente han estado expuestas a la atmósfera y, en consecuencia, puede haberse oxidado el Fe(II) a Fe (III), con la consecuente precipitación de hidróxido férrico. Antes del tratamiento, hay que asegurarse de que todo el hierro esté en forma soluble, para lo cual se acidula la muestra con ácido clorhídrico:



La 1,10 fenantrolina es específica para medir Fe(II). Todo el hierro en forma de Fe(III) debe ser reducido a la condición ferrosa, para lo cual se usa hidroxilamina como agente reductor. La reacción puede representarse como se muestra:





La reacción del Fe^{2+} con la 1,10-fenantrolina forma un complejo de color rojo-naranja en que hay 3 moléculas de fenantrolina/átomo de Fe^{2+} . La intensidad de la coloración obedece a la ley de Beer y puede medirse en un fotómetro. En presencia de un exceso de fenantrolina, el color se desarrolla rápidamente a un intervalo de pH entre 2.9 y 3.5.



Objetivo

➤ Medir la concentración de hierro en una muestra de agua residual

Material

- Espectrofómetro Spectronic 20
- Matraces aforados de 100 ml
- Pipeta volumétrica de 2 ml
- Pipetas de 2 ó 5 ml
- Pipetas de 10 ml
- Probeta de 100 ml
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml
- Piseta
- Espátula
- Matraz aforado de 250 ml
- Perlas de vidrio
- Frascos para reactivo

Reactivos

- Agua destilada (libre de hierro)
- Acido clorhídrico concentrado
- Solución de hidroxilamina
- Solución amortiguadora de acetato de amonio
- Solución de fenantrolina
- Solución patrón de hierro

Preparación de soluciones

- ✎ Solución de hidroxilamina: Disolver 10 g de clorhidrato de hidroxilamina en 100 ml de agua destilada.
- ✎ Solución amortiguadora de acetato de amonio: Disolver 12.5 g de $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ en 7.5 ml de agua destilada, añadir 35 ml de ácido acético glacial.
- ✎ Solución de fenantrolina: Disolver 100 mg de monohidrato de 1,10-fenantrolina en 100 ml de agua destilada acidulada con dos gotas de HCl conc. Si la solución se oscurece, descartarla.
- ✎ Solución madre de hierro: Añadir lentamente 10 ml de H_2SO_4 concentrado a 25 ml de agua destilada y disolver en ella 0.701 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Añadir gota a gota, solución 0.1 N de KMnO_4 hasta que persista un color rosa tenue. Diluir a 500 ml con agua destilada. Un ml de esta solución equivale a 200 μg de Fe.
- ✎ Solución patrón de hierro: Esta solución debe prepararse el mismo día que se va a usar. Tomar con una pipeta 1.25 ml de la solución madre y colocarlos en un matraz volumétrico de 250 ml, aforar con agua destilada. Un ml de esta solución equivale a 1 μg de Fe.
- ✎ Solución diluida de KMnO_4 (se requieren 2 ó 3 gotas): Disolver un cristal en un poco de agua destilada.

Método experimental

1. - Preparación de la curva de calibración

- a) Colocar en matraces volumétricos de 100 ml, previamente etiquetados, 2, 4, 6, 8, y 10 ml de la solución patrón de hierro, respectivamente. Preparar un blanco con 10 ml de agua destilada.
- b) Añadir a cada matraz, incluido el blanco, 1 ml de la solución de hidroxilamina y 1 ml de la solución amortiguadora de acetato de amonio. Diluir con agua destilada hasta 75 ml aproximadamente, añadir 10 ml de fenantrolina, aforar con agua destilada, mezclar y dejar reposar 10 minutos.
- c) Medir la absorbancia de cada solución a 510 nm, ajustando previamente a 100% de transmitancia (cero de absorbancia) con el blanco.
- d) Construir una curva de calibración (abs. vs μg de Fe). Ajustar la curva por mínimos cuadrados.

2. - Determinación de hierro total

- a) Agitar vigorosamente la muestra para homogeneizarla y medir en la probeta una alícuota de 50 ml. Vaciarlos a un matraz Erlenmeyer.
- b) Agregar 2 ml de HCl conc. y 1 ml de hidroxilamina. Añadir algunas perlas de vidrio para regular la ebullición y calentar hasta ebullición. Mantener la ebullición hasta que el volumen de la muestra se haya reducido a 15 ó 20 ml.



- c) Dejar enfriar a temperatura ambiente y transferir cuantitativamente el residuo líquido a un matraz volumétrico de 50 ml. Enjuagar el matraz Erlenmeyer con 2 ó 3 ml de agua destilada y vaciarlos al mismo matraz volumétrico.
- d) Agregar 10 ml de solución amortiguadora y 4 ml de fenantrolina, aforar con agua destilada. Mezclar vigorosamente y dejar reposar 10 minutos para que se desarrolle el color.
- e) Leer la absorbancia de la muestra a 510 nm, ajustando previamente a 100% de transmitancia con el blanco de reactivos.

Cálculos

Interpolar la lectura de la muestra en la curva de calibración. Para calcular la concentración por litro, considerar el volumen de la alícuota que se utilizó.

Cuestionario

- 1.- ¿Para qué se agita vigorosamente la muestra, antes de tomar la alícuota que se va a analizar?
- 2.- ¿Bajo qué formas químicas se puede encontrar el hierro en las aguas de desecho?
- 3.- ¿Qué problemas puede ocasionar la presencia de hierro en el agua: a) potable, b) de riego, c) en una industria farmacéutica?

Bibliografía

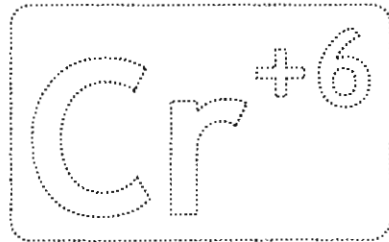
- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill. U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.

Fecha:

—D

—M

—A



Cromo —

Hexavalente

DIAGRAMA DE FLUJO

CROMO HEXAVALENTE

Principio

El cromo existe en el ambiente principalmente en forma de cromato. La forma trivalente es hidrolizada completamente en las aguas naturales y el cromo precipita como hidróxido de cromo, muy poco soluble en agua. Además, no hay evidencias de que la forma trivalente sea dañina para la salud humana.

El envenenamiento por cromo causa desórdenes en la piel y daño hepático. Existen algunas evidencias de que el cromo es oncogénico. El nivel máximo permisible en aguas potables es de 0.05 mg/L.

El cromo se usa ampliamente en la industria para hacer aleaciones, refractarios, catalizadores, óxido crómico y sales. El óxido de cromo se usa para producir ácido crómico en la industria de la plata. Las sales de cromo son utilizadas en la fabricación de pinturas y para obtener "soluciones limpiadoras" que se utilizan en los laboratorios.

Para determinar la concentración de cromo hexavalente en agua natural o tratada se utiliza un método colorimétrico.

El cromo hexavalente se determina por absorción a 540 nm, una vez que se le ha hecho reaccionar con difenilcarbazida. Esta reacción es específica y altamente sensible. La difenilcarbazida reacciona, en solución ácida, con las sales de molibdeno hexavalente y de mercurio formando un color rojo-violeta, de composición desconocida.

Si se desea determinar cromo total, la muestra debe digerirse previamente con permanganato de potasio disuelto en una mezcla de ácido sulfúrico-ácido nítrico.

Objetivo

✎ Determinar el contenido de cromo hexavalente en una muestra de agua residual.

Equipo utilizado.

- | | |
|--|--------------------------------------|
| ▪ Espectrofotómetro Spectronic 20 | ▪ Pipeta volumétrica, 1 ml |
| ▪ Equipo de filtración por membrana (deseable) | ▪ Espátula |
| ▪ Matraz aforado, 100 ml | ▪ Frascos para residuos |
| ▪ Matraz aforado, 250 ml | ▪ Membrana de 0.45 micras (deseable) |
| ▪ Pipeta serológica, 10 ml | |
| ▪ Pipeta volumétrica, 10 ml | |

Reactivos

- Solución madre de cromo: Disolver en agua bidestilada 141.4 mg de dicromato de potasio anhidro y diluir a 100 ml. Un ml de esta solución equivale a 500 mg de cromo hexavalente
- Solución patrón de cromo: Diluir con agua 1 ml de la solución madre de cromo a 100 ml. 1 ml de esta solución equivale a 5 mg de cromo hexavalente
- Acido sulfúrico 0.2N
- Acido fosfórico al 85%
- Acetona
- Solución de difenilcarbazida: Disolver 250 mg de 1,5- difenilcarbazida y aforar a 50 ml, con acetona. Almacenar en frasco color ámbar y desechar la solución cuando haya perdido su color amarillo claro

Procedimiento

1.- Preparación de la muestra

- ✍ Se recomienda que el análisis de las muestras se haga lo más pronto posible. La muestra debe estar lo más transparente posible, por lo que antes de iniciar la técnica analítica, si tiene partículas en suspensión, se le debe filtrar a través de una membrana de 0.45 micras.

2.- Preparación de la curva de calibración

- ✍ Colocar en matraces aforados de 100 ml, volúmenes crecientes de la solución patrón de cromo (0, 2, 5, 10, 15 y 20 ml), que corresponde a un intervalo de 10-100 $\mu\text{g Cr}^{+6}$. Aforar con agua destilada.
- ✍ Añadir a cada matraz 2 ml de la solución de difenilcarbazida, mezclar y dejar reposar 10 minutos para que se desarrolle totalmente el color.
- ✍ Medir la absorbancia a 540 nm. Corregir las lecturas de absorbancia de los patrones, restando la absorbancia del testigo de agua destilada.
- ✍ Construir la curva de calibración graficando absorbancia contra $\mu\text{g de Cr}^{+6}$.

3.- Análisis de la muestra problema

- ✍ Filtrar la muestra de agua, si se requiere. Colocar una alícuota que contenga entre 10 y 100 mg de cromo, generalmente se requieren 100 ml de la muestra, en un matraz aforado de 100 ml.
- ✍ Ajustar el pH a 1 con H_2SO_4 0.2N.

- Añadir 2 ml de la solución de difenilcarbazida, mezclar y dejar reposar 10 minutos para que se desarrolle completamente el color.
- Medir la absorbancia, igual que se hizo con los estándares para la curva de calibración. Corregir la lectura restando la absorbancia del testigo de agua destilada.
- Interpolarse en la curva de calibración, el valor de absorbancia (corregido) de la muestra problema.

Cálculos

$$\text{mg/L de Cr}^{6+} = (A / V)$$

Donde:

A = μg de Cr^{6+} leídos en la curva

V = volumen de la muestra, ml

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*,. Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A , 1989.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-044-SCFI-2001. Análisis de agua-Determinación de cromo hexavalente en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba.

Fecha:

—D

—M

—A

Sustancias Activas al Azul de Metileno

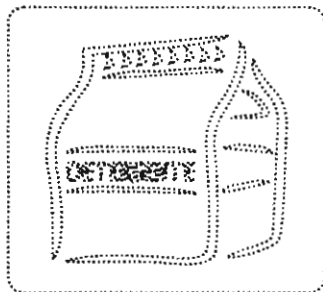


DIAGRAMA DE FLUJO

SUSTANCIAS ACTIVAS AL AZUL DE METILENO

Introducción

Los detergentes son contaminantes habituales, tanto en las aguas de descarga doméstica como en las de origen industrial. Los detergentes sintéticos son derivados del ácido bencensulfónico, por lo que son resistentes a la biodegradación, debido a que su molécula contiene anillos aromáticos. Los fabricantes han buscado resolver este problema a través del diseño de nuevas formulaciones de detergentes. En esos detergentes biodegradables, la fracción hidrofóbica de la molécula está constituida por cadenas lineales, no ramificadas ni aromáticas.

La molécula de los detergentes contiene un grupo hidrofílico soluble en agua y uno hidrofóbico, soluble en grasas; la existencia de esos grupos funcionales hace que los restos de detergente se acumulen en las interfases: agua-aire, agua-partículas, agua-líquidos inmiscibles, lo que determina la formación de espuma, emulsiones y suspensiones de partículas finas. Los detergentes pueden ser aniónicos (la fracción orgánica tiene carga negativa), catiónicos (la fracción orgánica tiene carga positiva) o neutros (no disociables).

Los detergentes aniónicos son la fracción mayoritaria de las sustancias activas al azul de metileno, aunque también dan reacción positiva los sulfonatos, sulfatos, carboxilatos y fenoles orgánicos, así como las sales inorgánicas: tiocianatos, cianatos, nitratos y cloruros.

Principio

El azul de metileno es un colorante catiónico soluble en agua que, en contacto con la molécula de un detergente aniónico, forma un par iónico soluble en disolventes no polares, como el cloroformo. La concentración de las sustancias activas al azul de metileno es proporcional a la intensidad de la coloración azul presente en la fase clorofórmica.

Como estándar se utiliza el alquil bencen sulfonato ABS (Linear Alkylbenzene Sulfonate, LAS por sus siglas en inglés), que es un mezcla de 26 isómeros y homólogos que corresponden a la fórmula $[R' C_6H_4SO_3]^-Na^+$, en la que R' es un grupo alquil secundario con una longitud entre 10 y 12 átomos de carbono.

Los jabones no son sustancias activas al azul de metileno. Son sales de sodio de ácidos grasos, pero su carácter ionizable es tan débil que no forman pares iónicos con el azul de metileno. Lo que significa que no son sustancias activas al azul de metileno.

El método de medición comprende 3 extracciones sucesivas con cloroformo ($CHCl_3$), de la muestra problema a la que se le ha adicionado azul de metileno en exceso. Los extractos clorofórmicos se lavan dos veces con una solución buffer antes de determinar la intensidad del color azul, midiéndola por absorbancia a 652 nm.

El método es válido para concentraciones de SAAM menores que 0.025 mg/L.

Objetivo

- ✦ Determinar la presencia de sustancias activas al azul de metileno SAAM y medir su concentración por un método colorimétrico.

Equipo utilizado

- | | |
|-----------------------------------|---------------------------------|
| ✦ 3 Embudos de separación | ✦ Pipeta, 5 ml |
| ✦ 3 Anillos de hierro | ✦ Pipeta, 10 ml |
| ✦ 3 Soportes | ✦ Espectrofotómetro |
| ✦ Matraz volumétrico, 250 ml | ✦ Matraz Erlenmeyer, 250 ml |
| ✦ 5 Matraces volumétricos, 100 ml | ✦ Embudos |
| ✦ Probeta, 100 ml | ✦ Vasos de precipitados, 100 ml |
| ✦ Probeta, 50 ml | ✦ Frascos para residuos |

Reactivos

- ✦ Solución estándar de detergente 0.1 mg/ml
- ✦ Solución diluida de carbonato o hidróxido de sodio (1 N)
- ✦ Indicador de fenolftaleína
- ✦ Cloroformo
- ✦ Reactivo de azul de metileno
- ✦ Agua destilada
- ✦ Ácido sulfúrico
- ✦ Fosfato diácido de sodio
- ✦ Muestra de agua problema
- ✦ Fosfato monosódico de sodio
- ✦ Fibra de vidrio

Preparación de reactivos

- 1) Solución madre de sulfonato de alquil benceno lineal (LAS): Pesar 0.10 g de LAS. Disolverlos en agua destilada y aforar a 100 ml. 1 ml = 1.0 mg de LAS. Conservar en refrigeración.

- 2) Solución patrón LAS: Tomar 1 ml de la solución madre (sol. 1) y aforar a 100 ml. 1.0 ml = 10.0 µg de LAS (preparar diariamente).
- 3) Reactivo de azul de metileno. Disolver 100 mg de azul de metileno en 100 ml de agua destilada. Transferir 30 ml de la solución a un matraz aforado de 1000 ml, añadir 500 ml de agua destilada, 41 ml de H₂SO₄ 6 N (1+5) y 50 g de fosfato monosódico monohidratado (NaH₂PO₄ • H₂O) y aforar a 1 L con agua destilada.
- 4) Solución de lavado. Añadir 41 ml de H₂SO₄ 6N a 500 ml de agua en un matraz de 1 litro, agregar 50 g de NaH₂PO₄ • H₂O H₂O y agitar hasta que se disuelva. Aforar a un litro.
- 5) Hidróxido de sodio 1N. Pesar 1 g de NaOH y disolver en 25 ml agua destilada.
- 6) Ácido sulfúrico 1 N. Diluir 2.8 ml de H₂SO₄ en 100 ml de agua.
- 7) Ácido sulfúrico 6 N. (1+5). Tener cuidado al preparar este reactivo.
- 8) Detergente estrán: Para el lavado del material .

NOTA: Todo el material de vidrio se debe lavar con el detergente estrán y con agua destilada. Todo el material de vidrio debe estar perfectamente seco.

El cloroformo utilizado en la práctica no se desecha, se almacena para su recuperación por destilación.

Procedimiento

1. Seleccionar un volumen de muestra base en la concentración de SAAM estimada y colocar en un embudo de separación de 500 ml:

Concentración esperada de SAAM	Volumen de muestra
0.025-0.080	400
0.08-0.40	250
0.4-2.0	100

- Si espera una concentración más elevada diluya previamente la muestra con agua destilada.
2. Colocar los anillos en los soportes y montar dos embudos de separación por cada muestra, vaciar la muestra en el primer embudo.
 3. Añadir unas gotas de fenoftaleína unas gotas de NaOH hasta coloración rosa pálido. Agregar H₂SO₄ justo hasta la desaparición del color.
 4. Poner en el embudo con la muestra , 10 ml de cloroformo y 25 ml de la solución de azul de metileno.

5. Agitar con un movimiento rotatorio y enérgico durante 30 segundos y dejar reposar para que se separen las capas. El exceso de agitación puede dar lugar a la formación de emulsiones que pueden romperse, calentando ligeramente.
6. Poner en el segundo embudo 50 ml de solución de lavado.
7. Pasar la fase clorofórmica (capa inferior) del primero al segundo embudo.
8. Repetir la extracción dos veces más, usando 10 ml de cloroformo en cada una. Si desaparece el color azul de la fase acuosa descarte y repita el experimento usando una muestra de menor volumen.
9. Reunir estos extractos con el que ya se encuentra en el segundo embudo, agite vigorosamente por 30 segundos (en este paso ya no se forman emulsiones).
10. Dejar reposar y filtrar la capa de cloroformo a través de un embudo con una pequeña porción de fibra de vidrio a un matraz volumétrico de 100 ml; el filtrado debe ser transparente.
11. Extraer dos veces, con 10 ml de cloroformo cada una, la solución de lavado y reúna estos extractos en el matraz aforado de 100 ml, aforar con cloroformo y mezclar bien.
12. Medir la absorbancia a 652 nm, usando cloroformo como blanco.
13. Curva de calibración: Preparar una serie de 5 matraces volumétricos de 100 ml. Agregar a cada uno, respectivamente, 0, 5, 10, 15 y 20 ml de la solución patrón de LAS. Aforar a 100 ml, con agua destilada.
14. Tratar cada una de las diluciones del estándar de la manera descrita para la muestra.
15. El blanco de reactivos, que es la muestra que no contiene detergente, se utiliza para ajustar el espectrofotómetro, a 0 absorbancia. Construir, con los datos obtenidos, la curva de calibración.
16. Al terminar su determinación, recuperar el cloroformo por evaporación en un rotavapor. Se recomienda aplicar poco vacío ya que el punto de ebullición del cloroformo es bajo.

Posibles interferencias

La presencia de trazas de detergente, si el material de cristalería está mal lavado, puede conducir a resultados elevados. El material debe lavarse primero con mezcla crómica, enjuagarse con agua corriente y finalmente con agua destilada. También se obtienen valores altos en muestras de agua que contienen concentraciones altas de cloruros o nitratos. Por el contrario, se encuentran valores bajos en las muestras en que hay partículas en suspensión o que están contaminadas con detergentes catiónicos

Límite de detección

0.025 mg/L



Medidas de seguridad

- 1.- Colectar los residuos de cloroformo para su recuperación por destilación.
- 2.- Manejar con cuidado el espectrofotómetro y sus celdas.

Cálculos

$$\text{mg LAS /L total aparente} = \frac{\mu\text{g LAS}}{\text{ml de la muestra}}$$

**Indique en su reporte el peso molecular del material de referencia (LAS)*

Cuestionario

1. ¿Por qué se debe lavar el material de cristalería con mezcla crómica?
2. ¿Qué efecto tiene la presencia de detergentes, en la biota de ríos, mares y lagos?
3. ¿Qué problemas ocasionan los detergentes en las plantas de tratamiento de agua?
4. ¿Qué clase de detergente se determina con esta técnica?

Bibliografía

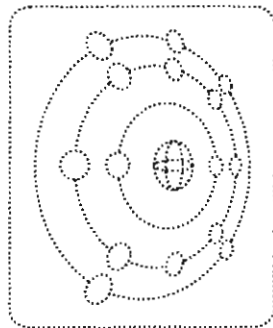
- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Centro Mexicano de Química en Microescala. Universidad Iberoamericana. 2000. Notas del curso "Experimentos de Química Ambiental". México.
- 4.- Norma Mexicana -NMX-AA-039-SCFI-2001-. Análisis de agua.- Determinación de sustancias activas al azul de metileno (detergentes).

Fecha:

— D

— M

— A



Fósforo —

DIAGRAMA DE FLUJO

FÓSFORO

Introducción

El fósforo puede estar presente en el agua como ortofosfato, polifosfato y fósforo orgánico. Los ortofosfatos son resultado del metabolismo de las proteínas, el ión fosfato libre es conducido al torrente sanguíneo y es eliminado por la orina. Actualmente, el agua residual doméstica tiene cantidades relativamente altas de fosfatos. Antes de la aparición de los detergentes sintéticos, la concentración de fósforo inorgánico variaba entre 2 y 3 mg/L, pero debido a que a los detergentes sintéticos se les incorporan polifosfatos para mejorar su eficiencia en aguas duras, el contenido de fósforo en las aguas residuales domésticas es ahora 2 ó 3 veces más elevado que antes. Los polifosfatos representan, posiblemente, el mayor aporte de fósforo al agua, para su cuantificación se les debe convertir a fosfatos, dejando hervir durante 90 minutos, el agua previamente acidificada.

En el agua natural, la fuente de fosfatos son las rocas fosfóricas y los fertilizantes agrícolas. El fósforo orgánico es el que se encuentra formando parte de la materia viva. Para determinarlo, es necesario liberarlo como fosfato, lo que se logra al destruir la materia orgánica por medio de la digestión con un ácido fuerte.

El nitrógeno y el fósforo son elementos esenciales para el crecimiento de las plantas, incluyendo las malezas acuáticas y el plancton (algas y cianobacterias), la limitación de alguno de esos elementos es un factor importante en la tasa de crecimiento de los organismos. Con el paso del tiempo, los cuerpos de agua sufren el proceso conocido como eutroficación (disminución progresiva del volumen de agua), ocasionado por la abundancia de plantas de hojas grandes que favorecen la pérdida de agua en lagos y presas. Simultáneamente con las malezas orgánicas, entre ellas, el lirio acuático, en las aguas ricas en fósforo y nitrógeno crecen en abundancia los organismos diminutos que constituyen el plancton.

Se ha establecido como nivel crítico de concentración de fósforo inorgánico en cuerpos de agua, 5 µg/L.

Principio

Para determinar fósforo total (fósforo orgánico e inorgánico) es necesario digerir previamente la muestra con una mezcla altamente oxidante de ácido sulfúrico-ácido nítrico. Si sólo se va a determinar el fósforo inorgánico, basta con acidificar la muestra con ácido sulfúrico y mantenerla en ebullición durante 90 minutos, técnica estándar. Los pretratamientos descritos convierten a fosfato, todas las especies químicas que contienen fósforo.

Para la determinación de fosfatos se puede utilizar la técnica de microescala.

La reacción entre el ión fosfato PO_4^{3-} y el molibdato de amonio provoca la formación de un precipitado insoluble de fosfomolibdato de amonio que, a las bajas

concentraciones que se encuentra normalmente el ión fosfato, tiene la apariencia de un coloide amarillento. La determinación de la concentración de fosfatos requiere que se haga la reducción del molibdeno con cloruro estanoso, formándose un complejo intensamente coloreado de color azul, que puede medirse colorimétricamente. La intensidad de la coloración en la muestra problema se compara con una curva de calibración preparada a partir de una serie de soluciones de concentración conocida de fosfatos.

Objetivo

- Reconocer la presencia de fósforo presente en forma de ión fosfato (PO_4^{3-}) y medir su concentración por una técnica colorimétrica.

Equipo utilizado

I.- Técnica de microescala

- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ 4 Pipetas graduadas de 1 ml ▪ 2 Pipetas Beral de 1 ml ▪ Jeringa de 5 ml con un tramo corto de tubo de hule (propipeta) ▪ 10 Tubos de ensaye de 15 ml ▪ 4 Matraces Erlenmeyer de 25 ml | <ul style="list-style-type: none"> ▪ 2 vasos de precipitados de 100 ml ▪ Cronómetro. ▪ Espectrofotómetro c/ celdas ▪ Piseta con agua destilada ▪ Frasco para residuos |
|---|--|

II.- Técnica estándar

a) Equipo utilizado para la digestión:

- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> Matraz erlenmeyer, 250 ml Matraz volumétrico, 100 ml Parrilla eléctrica | <ul style="list-style-type: none"> Pinzas con nuez Campana de extracción |
|---|--|

b) Equipo utilizado para el desarrollo del color:

- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ Espectrofotómetro (de 625 a 690 nm) ▪ Vaso de precipitados, 250 ml ▪ Vaso de precipitados, 100 ml ▪ Baño maría ▪ Probeta, 100 ml | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Matraz Erlenmeyer, 125 ml ▪ Matraz aforado, 100 ml ▪ Agitador de vidrio ▪ Espátula ▪ Pipeta serológica, 1 ml |
|--|--|

- Pipeta serológica, 10 ml
- Pipeta serológica 5 ml
- Frascos para residuos
- Embudo de filtración

NOTA: Todo el material de vidrio empleado en esta determinación debe lavarse con mezcla crómica para eliminar cualquier traza de materia orgánica y enjuagarse dos veces con agua desionizada, para eliminar cualquier traza de detergente.

Reactivos

- Solución estándar de fosfatos (1 ml = 50 mg de fósforo como PO_4^{3-} /L)
- Solución diluida de HCl (0.001 N)
- Solución de molibdato de amonio
- Solución de cloruro estanoso
- Indicador de fenolftaleína
- Ácido sulfúrico concentrado
- Ácido nítrico concentrado
- Agua destilada
- Muestra de agua problema
- Agua mineral sin gas

Preparación de soluciones

- ✍ Solución estándar de fosfatos, en la que 1 ml = 50 mg de fósforo bajo la forma de PO_4^{3-} /L. Disolver 110 mg de KH_2PO_4 en 500 ml de agua destilada.
- ✍ Solución diluida de HCl. Agregar 2 gotas del ácido concentrado a 10 ml de agua destilada.
- ✍ Reactivo de molibdato de amonio. Disolver 2.5 g de molibdato de amonio tetrahidratado en 20 ml de agua destilada. Por separado, diluir 28 ml de ácido sulfúrico en 40 ml de agua destilada. Mezclar ambas soluciones y aforar con agua destilada a 100 ml.
- ✍ Reactivo de cloruro estanoso. Disolver 0.25 g de cloruro estanoso dihidratado en 10 ml de glicerina, calentar en baño maría hasta su completa disolución y dejar enfriar.
- ✍ Solución indicadora de fenolftaleína. Pesar 1g de fenolftaleína y disolverlo en 100 ml de etanol + 100 ml de agua destilada.

Medidas de seguridad

- 1.- Manejar con cuidado el espectrofotómetro y sus celdas
- 2.- Colectar los residuos

Procedimiento

1.- Técnica de microescala (fosfatos)

Preparar simultáneamente 6 muestras: tres concentraciones de la solución estándar de fosfatos (100 %, 50 % y 25 %), un blanco de agua destilada, la muestra problema y la muestra de agua mineral (Ver tabla 1).

Tabla 1. Tratamiento de la muestra y las soluciones estándar para la determinación de fosfatos en agua

REACTIVOS	TUBOS					
	1	2	3	4	5	6
Sol. estándar de fosfatos/mL	-	0.5	0.25	0.125	-	-
Agua mineral/mL	-	-	-	-	0.5	-
Muestra de agua/mL	-	-	-	-	-	0.5
Agua destilada/mL	10	9.5	9.75	9.825	9.5	9.5
Sol. de molibdato de amonio/mL	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
Sol. de cloruro estanoico/gotas	2	2	2	2	2	2

- 1) Preparación de las muestras. La muestra de agua y el agua mineral deben tener un pH neutro. Confírmelo, agregando una gota de indicador de fenolftaleína, lo que hará que la muestra tome un ligero color rosa. En caso necesario ajustar el pH agregando, gota a gota, ácido clorhídrico diluido hasta la desaparición del color. Este paso no es necesario en el caso del agua destilada y la solución estándar de fosfatos.
- 2) Una vez que se ha confirmado la neutralidad de las muestras, disponerlas en tubos como se indica en el cuadro y agregar el reactivo y el indicador de cloruro estanoico.
- 3) Dejar reaccionar a temperatura ambiente, alrededor de 10 minutos, para el máximo desarrollo del color.
- 4) Comparar visualmente la intensidad de la coloración azul de las muestras, en referencia a la coloración de las diluciones de la curva patrón.
- 5) Medir, en el espectrofotómetro, la absorbancia a 690 nm. Hacer la curva de calibración con los valores de absorbancia de las soluciones estándar e interpolar el valor encontrado para la muestra problema.
- 6) Calcular, a partir de dicha interpolación y considerando el volumen de muestra usado, la concentración de fosfatos/L en la muestra problema.

II.- Técnica estandarizada (fósforo total)

I.- Para la determinación de fósforo total, es necesario convertir todo el fósforo presente en el ión fosfato, sometiendo la muestra a una digestión ácida.

- a) Colocar un volumen determinado (generalmente son suficientes 20 ml) de agua problema en un matraz Erlenmeyer de 125 ml y agregarle 1 ml del H_2SO_4 concentrado y 5 ml del HNO_3 concentrado.
- b) Calentar la muestra en una parrilla hasta reducir el volumen a 1 ml.
- c) Agregar 20 ml de agua destilada, una gota del indicador de fenolftaleína y suficiente NaOH 1N hasta la aparición de un ligero color rosa en la solución.
- d) Transferir la solución neutralizada, filtrando si es necesario, a un matraz volumétrico de 100 ml, enjuagar el matraz con agua destilada y reunir los lavados del filtro en el mismo matraz. Aforar con agua destilada.
- e) El fósforo total se determina como se describe a continuación, lo que requiere hacer una curva de calibración tratando las soluciones patrón de la misma manera que las muestras problema

2. Desarrollo del color

- a) *Tratamiento preliminar de la muestra.* A la muestra de 100 ml, obtenida como se describe en el paso anterior, adicionarle una gota de indicador de fenolftaleína. Si la muestra se torna rosa, adicionar gotas de la solución de ácido fuerte, hasta que desaparezca el color. Si para dicho cambio de color se requieren más de 5 gotas de ácido, se debe tomar una muestra más pequeña y diluirla a 100 ml con agua destilada.
- b) *Desarrollo del color.* Adicionar, agitando después de cada adición, 4 ml del reactivo de molibdato de amonio y 0.5 ml (aprox. 10 gotas) del reactivo de cloruro estano. Los patrones, los reactivos y las muestras deben estar a la misma temperatura (entre 20 y 30 °C).
- c) *Medición del color.* A los 10 minutos exactos, medir la absorbancia a 690 nm, de cada estándar y cada muestra. Hacer una curva de calibración con concentraciones crecientes de fosfato y un testigo con agua destilada. Someter a las mismas condiciones tanto las muestras como las soluciones estándar. Prepare por lo menos un patrón en cada serie de muestras o una serie completa cada vez que efectúe la prueba.
- d) *Curva de calibración.* Preparar la curva tomando diferentes volúmenes de la solución patrón de fosfatos (0, 0.5, 1, 3 y 5 ml) para tener concentraciones convenientes. Diluir cada uno, con agua destilada, a 100 ml, y seguir los pasos descritos para el desarrollo de color.

Posibles interferencias:

La presencia de trazas de detergente en el material de vidrio puede conducir a resultados elevados. Se debe procurar hacer las lecturas de las muestras y los estándares, exactamente 10 minutos después de haber agregado el reactivo, ya que la intensidad de la coloración disminuye con el tiempo.

Cálculos

Trazar la curva de calibración e interpolar el valor encontrado para la muestra. Calcular la concentración de PO_4^{3-} /L de muestra.

$$\text{mg P/L} = \left(\frac{\mu\text{g P leídos en la curva}}{\text{ml de la muestra}} \right) \left(\frac{1 \text{ mg}}{1000 \mu\text{g}} \right) \left(\frac{1000 \text{ ml}}{1 \text{ L}} \right)$$

Cuestionario

- 1.- Lea cuidadosamente el método de trabajo propuesto e indique si al utilizarlo está determinando fósforo total, fósforo inorgánico o fósforo presente como ión fosfato.
- 2.- Indique dos ventajas de la medición de la intensidad del color con el espectrofotómetro. Indique dos ventajas de la medición visual de la intensidad del color azul.
- 3.- De acuerdo a los resultados que obtuvo, ¿la concentración de fósforo en la muestra de agua problema podría representar un riesgo de eutroficación de un cuerpo de agua?
- 4.- La concentración de fosfatos encontrada para la muestra de agua mineral ¿coincide con lo que indica la etiqueta?

Bibliografía

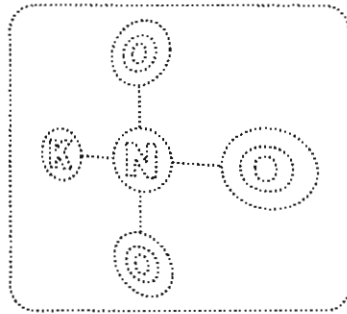
- 1.-Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.-APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.-Centro Mexicano de Química en Microescala. Universidad Iberoamericana. 2000. Notas del curso "Experimentos de Química Ambiental". México.
- 4.-Norma Mexicana NMX-AA-029-SCFI-2001. Análisis de agua-Determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba.

Fecha:

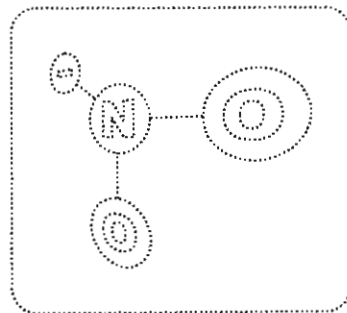
D

M

A



Nitratos ←



Nitritos ←

DIAGRAMA DE FLUJO

NITRATOS

Introducción

Los nitratos se forman dentro del ciclo del nitrógeno, por oxidación bacteriana de los nitritos. Los nitratos se utilizan como fertilizantes ya que es la forma en que el nitrógeno está biodisponible para ser absorbido por las raíces de las plantas. Los nitratos producidos o adicionados en exceso para las necesidades de la vida vegetal, son transportados por el agua que se filtra a través del suelo, lo que da lugar a concentraciones relativamente altas en las aguas profundas, que pueden conducir a la eutroficación de los cuerpos de agua.

Los nitratos forman parte de muchos fertilizantes comerciales y pueden provocar una contaminación significativa de las aguas superficiales y subterráneas. La importancia de su análisis está asociada con la capacidad del cuerpo humano de reducir los nitratos a nitritos, compuestos que ocasionan una enfermedad conocida como metahemoglobinemia.

Principio

La determinación de la concentración del ión nitrato (NO_3^-) es difícil debido a que se utilizan manipulaciones relativamente complejas, a la alta probabilidad de que estén presentes sustancias interferentes y a los limitados intervalos de validez de las técnicas. La elección de un método particular depende de la concentración esperada y de las interferencias que pudieran estar presentes en la muestra. En este texto se incluyen dos técnicas, una técnica que mide la absorbancia a 220 nm (UV) y otra que se basa en la reacción entre el ión nitrato y la brucina, reacción que da lugar a una coloración que se puede medir en el espectro visible a 410 nm.

Objetivo

 Determinar la concentración de nitratos en una muestra de agua residual.

Procedimiento

1.- Método de la brucina

El método de la brucina, que es el descrito en este manual, permite determinar concentraciones entre 0.1 y 2.0 mg de nitratos /L. La brucina es un compuesto orgánico complejo, que bajo condiciones ácidas y elevada temperatura, produce un color amarillo al reaccionar con los nitratos, la intensidad del color obedece a la ley de Beer. La intensidad de color varía en el tiempo y es afectada por la temperatura. En el caso de muestras muy concentradas, la muestra se debe diluir para que la concentración corresponda al intervalo de 0.1 a 1 mg/L.

Equipo

- Espectrofotómetro Spectronic 20, con celdas de 2.5 cm³
- Baño de agua para mantener temperatura de 92 °C (ebullición)
- Baño de agua fría
- Parrilla eléctrica

Reactivos

- Solución estándar de nitratos
- Solución de brucina-ácido sulfanílico-HCl
- Acido sulfúrico diluido 4:1 con agua destilada
- Solución de NaCl

Preparación de soluciones

- ✍ Solución patrón de nitratos. Antes de pesar el nitrato de potasio, secarlo en la estufa a 105° C por 24 horas. Disolver 0.0722 g de KNO₃ y aforar a 100 ml. Un ml de esta solución equivale a 100 µg de N-NO₃. Para conservarla adicionar 2 ml de cloroformo / L. Esta solución es estable por un periodo de 6 meses.
- ✍ Solución estándar de nitratos. Tomar 10 ml de la solución patrón y aforar a 100 ml. Un ml de esta solución equivale a 10 µg de N-NO₃. Para conservarla adicionar 2 ml de cloroformo por cada litro. Esta solución es estable por un periodo de 6 meses.
- ✍ Solución de brucina - ácido sulfanílico: Disolver 0.1 g de sulfato de brucina y 0.01g de ácido sulfanílico en aproximadamente 7 ml de agua destilada caliente. Añadir 0.3 ml de HCl concentrado. Enfriar la solución y aforar a 10 ml. Esta solución puede almacenarse por varios meses, si desarrolla una coloración rosada eso no afecta su utilidad. Nota: la brucina es una sustancia venenosa.
- ✍ Solución de ácido sulfúrico: Añadir cuidadosamente 50 ml de H₂SO₄ concentrado a 12.5 ml de agua destilada. Dejar enfriar a temperatura ambiente antes de usar.
- ✍ Solución de NaCl: Disolver 30 g de NaCl en 100 ml de agua destilada.

Metodo experimental

- 1) Para la realización de la curva de calibración, preparar 6 tubos conteniendo 0.5, 1.0, 2.0, 3.5 y 5.0 ml de N-NO₃/ L, usando la solución estándar de nitratos, completar cada tubo, con agua destilada, a un volumen de 5 ml. El blanco de reactivos (concentración = 0) se prepara con 5 ml de agua destilada.

- 2) Colocar 5 ml de agua problema en un tubo de ensaye. La muestra se prepara por triplicado.
- 3) Introducir simultáneamente, en el baño de agua fría, los tubos con muestra y con las soluciones estándar.
- 4) Agregar a cada tubo 1 ml de la solución de NaCl y agitar vigorosamente.
- 5) Añadir 5 ml de la solución de H_2SO_4 y agitar de nuevo vigorosamente. Colocar los tubos dentro del baño de agua fría.
- 6) Añadir 0.25 ml del reactivo de ácido sulfanílico-brucina-HCl y agitar vigorosamente. Tapar los tubos sin apretar la tapa de rosca.
- 7) Introducir simultáneamente todos los tubos en un baño maría a ebullición y, mantenerlos ahí durante 20 minutos exactos.
- 8) Retirar simultáneamente los tubos del baño maría. Colocarlos en el baño de agua fría hasta que adquieran la temperatura ambiente.
- 9) Leer en el espectrofotómetro la absorbancia a 410 nm. Ajustar el aparato a 0.0 de absorbancia con el blanco de reactivos.
- 10) Trazar la curva patrón. Interpolarse la lectura de la muestra en la curva patrón para determinar la concentración de N- NO_3 (nitratos).

Cálculos

$$\mu\text{g N-NO}_3/\text{ml de muestra} = \text{mg N-NO}_3/\text{L de muestra}$$

Si se desea calcular la concentración del ión nitrato, se usa el factor 4.43 como se indica a continuación:

$$4.43 = \text{masa de NO}_3/\text{masa de N}$$

$$\text{mg NO}_3/\text{L} = (\text{mg N-NO}_3/\text{L})(4.43)$$

II. Método espectrofotométrico UV

Esta técnica no es aplicable a muestras con alto contenido de materia orgánica, la medición de la absorción UV a 220 nm permite una determinación rápida de nitratos aunque hay el inconveniente de que la materia orgánica disuelta también puede absorber a la misma longitud de onda. El medir la absorción a 295 nm permite eliminar el efecto de este contaminante ya que los nitratos no absorben a 275 nm. Si el valor de corrección es superior a 10% de la lectura a 220 nm, este método no es recomendable. La técnica que aquí se describe corresponde a la propuesta en el Standard Methods y se recomienda para este taller, debido a que no utiliza brucina que es un reactivo altamente tóxico. Otra ventaja de utilizar esta técnica es que se basa en la absorbancia en el UV y se usan celdas de cuarzo, por lo que el alumno tendrá la oportunidad de compararla con las técnicas Tradicionales de absorbancia en el espectro visible.

Material

- Espectrofotómetro equipado con lámpara de hidrógeno
- Celdas de cuarzo de 1 cm² de lado
- Probeta de 50 ml
- Pipetas de 5 y 10 ml
- Matraces volumétricos de 50 ml
- Matraz volumétrico de 100 ml
- Matraz volumétrico de 10 ml
- Vidrio de reloj
- Espátula
- Piseta

Reactivos

- Solución patrón de nitratos
- Solución 1N de HCL

Preparación de soluciones

- ✍ Solución patrón de nitratos. Antes de pesar el nitrato de potasio, secarlo en la estufa a 105°C por 24 horas. Disolver 0.0722 g de KNO₃ y aforar a 100 ml. Un ml de esta solución equivale a 100 µg de N-NO₃. Para conservarla adicionar 2 ml de cloroformo / L. Esta solución es estable por un periodo de 6 meses.
- ✍ Solución estándar de nitritos. Tomar 10 ml de la solución patrón y aforar a 100 ml. Un ml de esta solución equivale a 10 µg de N-NO₃. Para conservarla adicionar 2 ml de cloroformo / L. Esta solución es estable por un periodo de 6 meses.
- ✍ Solución 1N de HCL. Medir 2 ml de HCL concentrado y aforar a 25 ml.

Método experimental

- 1) Adicionar a 50 ml de la muestra problema, 1 ml de la solución de HCL. (Previamente filtrada si tenía sólidos en solución). Mezclar.
- 2) Preparación de la curva estándar. Colocar en matraces volumétricos de 50 ml: 0, 1, 2, 4, 7... 35 ml de la solución estándar de nitratos, aforar con agua destilada y adicionar a cada uno, 1 ml de la solución 1N de HCL. Mezclar.
- 3) Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 220 nm para determinar la concentración de N-NO₃ y a 275 nm para medir la absorbancia debida a la presencia de materia orgánica (interferencia negativa).

Cálculos

Tanto en los estándares como en las muestras restar de la absorbancia a 220 nm, el doble de la absorbancia a 275 nm (a esta longitud de onda absorbe la materia orgánica). Trazar la gráfica de concentración con los valores corregidos de los tubos que contenían la solución patrón. Interpolar en la gráfica los datos de absorbancia de la muestra. Calcular la concentración de N-NO₃, considerando cualquier dilución que se hubiera hecho.

Nota: Si el valor de la corrección es superior a 10% de la lectura a 220 nm, es decir si la muestra tiene alta concentración de materia orgánica, no utilice este método.

$$\text{mg N-NO}_3/\text{L} = \left(\frac{\mu\text{g N-NO}_3 \text{ leídos en la curva}}{\text{ml de muestra}} \right) \left(\frac{1\text{mg}}{1000 \mu\text{g}} \right)$$

Si se desea calcular la concentración del ión nitrato, se usa el factor 4.43 como se indica a continuación:

$$\text{mg NO}_3/\text{L} = (\text{mg N-NO}_3/\text{L})(4.43)$$

$$4.43 = \text{masa de NO}_3 / \text{masa de N}$$

Cuestionario

1. ¿Cuáles son las consecuencias de la presencia de un exceso de nitratos en: a) agua potable, b) agua para fines recreativos y c) agua para fines agrícolas.
2. Mencione dos interferentes de la determinación de nitratos, cuando se utiliza el método de la brucina.
3. Mencione una posible fuente de nitratos, en aguas de descarga municipal.

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A. 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-079-SCFI-2001. Análisis de agua-Determinación de nitratos en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de prueba.



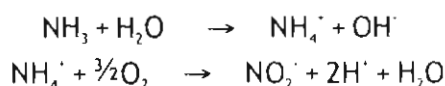
DIAGRAMA DE FLUJO

NITRITOS

Introducción

Los nitritos forman parte del ciclo natural del nitrógeno, se forman por reducción metabólica de los nitratos. Inicialmente, el nitrógeno se encuentra combinado en la materia orgánica presente y en forma de urea, después es transformado por algunas bacterias a amoníaco. Una vez que el amoníaco se ioniza y en un ambiente aerobio, las bacterias nitrosomonas convierten los iones amonio en nitritos. Los nitritos pueden convertirse a N_2O y N_2 , gases que escapan a la atmósfera.

Las reacciones que ocurren durante la conversión de amoníaco a nitritos son las siguientes:



El nitrito puede entrar en un sistema de abastecimiento de agua a través de su uso como inhibidor de corrosión en agua de procesos industriales. El ácido nitroso que se forma de los nitritos presentes en solución ácida, puede reaccionar con aminas secundarias para formar nitrosaminas, muchas de las cuales son reconocidas como potentes agentes carcinogénicos.

El nitrógeno de nitritos rara vez aparece en concentraciones mayores a 1 mg/L aún en efluentes de plantas de tratamiento municipales. Su concentración en aguas superficiales y subterráneas es normalmente menor a 0.01mg/L.

Los nitritos representan dos amenazas distintas para la salud humana: oxidan el Fe^{2+} de la hemoglobina a Fe^{3+} , convirtiéndola en metahemoglobina, sustancia incapaz de transportar oxígeno en el torrente sanguíneo, este proceso patológico es conocido como metahemoglobinemia o enfermedad del bebé azul. Por otro lado, los nitritos pueden reaccionar con diversas aminas para formar nitrosaminas, que son sustancias carcinógenas.

Principio

Los nitritos se determinan mediante la formación de un colorante azo de color rojo púrpura, producto de la diazotación (a pH 2-2.5) de la sulfanilamida con el clorhidrato de N-(1-naftil)-etilendiamina. La intensidad del color obedece a la ley de Beer. La sensibilidad del método abarca el intervalo entre 10 y 1000 μg de $\text{N}\cdot\text{NO}_2^-/\text{L}$. El límite de detección del método es de 0.01mg/L cuando no existen interferencias.

Objetivo

 Determinar la concentración de nitritos en una muestra de agua residual.

Material

- Espectrofotómetro Spectronic 20
- Matraz aforado, 250 ml
- Matraces aforados, 100 ml
- Matraz aforado, 25 ml
- Pipeta serológica, 5 ml
- Pipeta volumétrica, 5 ml
- Probeta, 50 ml
- Matraces Erlenmeyer, 125 ml
- Espátula
- Frasco para residuos

Reactivos

- Ácido fosfórico 85%
- Reactivo colorante
- Solución patrón de nitritos

Preparación de soluciones

✍ *Reactivo colorante:* Disolver 1 g de sulfanilamida en una mezcla de 10 ml de ácido fosfórico y 80 ml de agua destilada. Una vez que se ha disuelto la sulfanilamida, agregar 0.1 g de N(1-naftil)-etilendiamina. Mezclar y aforar con agua a 100 ml. La solución es estable durante un mes si se conserva en refrigeración, en un frasco oscuro.

✍ *Solución madre de nitritos:* Disolver 0.062 g de NaNO_2 en agua y diluir a 25 ml. Un ml de la solución es $\approx 500 \mu\text{g N-NO}_2$. Para preservarla, agregarle unas gotas de cloroformo. Preparar diariamente.

✍ *Solución patrón de nitritos:* Tomar 1.0 ml de la solución madre y diluir a 250 ml con agua destilada. Un ml es $\approx 2.0 \mu\text{g N-NO}_2$. Preparar diariamente.

Procedimiento

a) Preparación de la curva de calibración

Preparar una serie de diluciones de concentración conocida de nitritos, para ello, medir en matraces aforados de 50 ml, 0, 0.5, 1.0, 1.5 2.0 y 2.5 ml de la solución patrón (0 a $25 \mu\text{g N-NO}_2/\text{L}$) y aforar con agua destilada. Estos estándares deberán someterse al mismo tratamiento que la muestra. Graficar la absorbancia de los estándares contra 0 g $\text{N-NO}_2/\text{L}$.

B) Desarrollo del color

Tomar 50 ml de una muestra clara, en caso de ser necesario filtrarla antes de hacer la determinación. Llevarla a pH=7, con la adición de gotas de una solución diluida de HCL ó de NH₄OH . Añadir 2 ml del reactivo colorante y mezclar. Dejar reposar 10 minutos y leer , antes de 2 horas, la absorbancia a 543 nm.

Cálculos

Trazar la curva de calibración e interpolar el valor encontrado para la muestra. Calcular la concentración de N-NO₂ de muestra

$$\text{mg N-NO}_2 = \left(\frac{\mu\text{g N-NO}_2 \text{ leídos en la curva}}{\text{ml de muestra}} \right) \left(\frac{1\text{mg}}{1000 \mu\text{g}} \right) \left(\frac{1000 \text{ ml}}{1 \text{ L}} \right)$$

Cuestionario

1. Haga los cálculos que permitan saber ¿Qué volumen de la solución patrón debe tomarse, para que al diluirla a 50 ml, contenga 25 μg N-NO₂ /L?
2. ¿Qué efectos tiene el consumo de nitritos, sobre la salud humana?
3. ¿Cuál es la concentración máxima de nitritos en agua, que se permite en la legislación mexicana correspondiente?
4. ¿Por qué se recomienda hacer la determinación de nitritos lo más pronto posible, después de tomada la muestra?
5. ¿Qué es la metahemoglobina?

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N.; McCarty, P.L. 1978. Chemistry for environmental engineering. Mc Graw Hill. U.S.A.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF 1989; Standard methods for examination of water and wastewater; 17th Edition, APHA, U.S.A.
- 3.- Norma Mexicana -NOM-AA-99-1987-I. Análisis de agua. Determinación de nitrógeno de nitritos.

Fecha:

—D

—M

—A

Nitrógeno Amoniacal

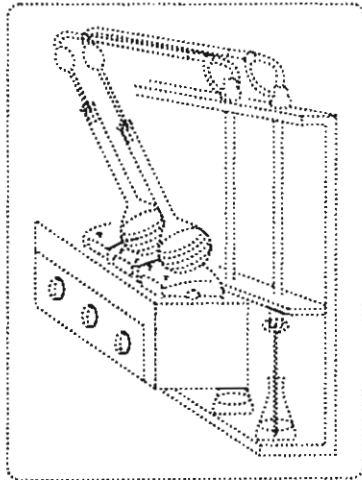


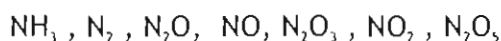
DIAGRAMA DE FLUJO

NITRÓGENO AMONICAL

Introducción

La determinación de nitrógeno amoniacal es de gran interés ambiental debido a la importancia de los compuestos del nitrógeno en la atmósfera y en los procesos vitales de las plantas y animales. La química del nitrógeno es compleja por los diferentes estados de oxidación en que se puede presentar el elemento y el hecho de que los cambios en la oxidación pueden ser realizados por organismos. Los cambios de estado de oxidación del nitrógeno son realizados por bacterias y, pueden ser tanto positivos como negativos, dependiendo de que las condiciones sean aerobias o anaerobias.

Desde el punto de vista de la química inorgánica el nitrógeno puede existir en 7 estados de oxidación:



N_2O , NO y NO_2 tienen poco o ningún significado en los procesos biológicos. NH_3 , N_2 , N_2O_3 (anhídrido nitroso) y N_2O_5 (anhídrido nítrico) son importantes desde el punto de vista ambiental.

Principio

La técnica que se utiliza para separar al ión amonio de posibles interferentes, es la destilación en medio alcalino.

El ion amonio existe en equilibrio con el amoníaco y el ión hidrógeno. Cuando el pH es superior a 7, el equilibrio se desplaza hacia el amoníaco, gas que puede ser liberado al hacer hervir la muestra. El vapor condensado contiene el amoníaco.



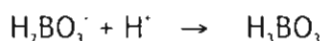
La remoción del amoníaco hace que se acumulen en el residuo los iones hidrógeno y el pH disminuya a 7.2 - 7.4. No se recomienda hacer la determinación a valores altos de pH, debido a que bajo esas condiciones y debido a la temperatura de ebullición del agua, se pueden liberar iones amonio de fuentes orgánicas. La experiencia ha mostrado que puede capturarse todo el amoníaco presente en una muestra de 500 ml, al destilar 200 ml de líquido, cuyo pH se ha mantenido entre 7.2 y 7.4.

Cuando las muestras de agua contienen más de 0.2 mg/L de amoníaco, como es el caso de las aguas residuales domésticas y de algunas aguas residuales de origen industrial, el reactivo más conveniente para absorber el amoníaco es el ácido bórico.

El ácido bórico es un buffer que al combinarse con amoníaco forma iones amonio y borato



Aunque la absorción de amoníaco provoca que se eleve el pH, el sistema buffer, mantiene el pH dentro de los valores requeridos para la fijación del gas liberado. El amoníaco liberado se puede medir por nesslerización (si la concentración es muy baja) o por titulación con un ácido fuerte. La titulación mide la cantidad del ión borato presente, como se muestra en la siguiente reacción:



Cuando se agota el ión amonio porque se ha añadido una cantidad de ácido fuerte equivalente al mismo, el pH de la solución de ácido bórico regresa a su valor inicial. La titulación se puede realizar por métodos electrométricos, lo cual elimina la necesidad de indicadores internos, en cuyo caso el punto final de la reacción se determina por dilución de un volumen especificado de la solución de ácido bórico con una cantidad igual de agua libre de amoníaco.

En las muestras de agua que contienen cantidades pequeñas de nitrógeno amoniacal, el procedimiento usual es medir la cantidad de amoníaco obtenido en el destilado, por desarrollo de color con reactivo de Nessler.

Objetivo

✎ Determinar el contenido de nitrógeno amoniacal en una muestra de agua residual

Equipo utilizado

- Aparato de destilación Kjeldahl (Fig. 6)
- Matraces Kjeldahl, 300 ml
- Matraces Erlenmeyer, 250 ml
- Bureta, 25 ml
- Soporte
- Pinzas para bureta
- Probeta, 500 ml
- Probeta, 50 ml
- Espátula
- Vasos de precipitados, 100 ml
- Frascos para residuos
- Matraz aforado, 100 ml
- Matraz aforado, 250 ml
- Pipeta, 10 ml
- Pipeta, 1 ml

Fig.6 Aparato de destilación Kjeldahl

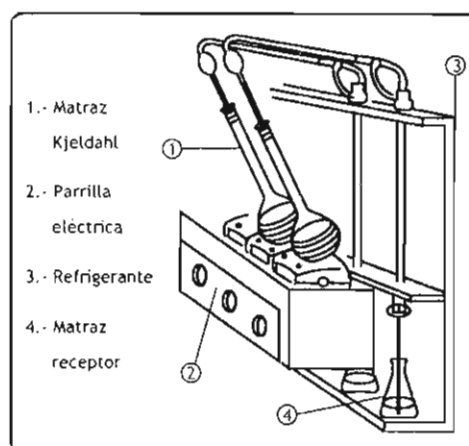


Fig. 6 Aparato de destilación Kjeldahl

Reactivos

- ✎ Solución $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0.025 N. Disolver 2.75 gramos de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y aforar a 250 ml.
- ✎ Solución amortiguadora: Mezclar 44 ml de NaOH 0.1 N con 250 ml de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0.025 N, aforar a 500 ml.
- ✎ Solución indicadora mixta: Disolver 50 mg de rojo de metilo en 25 ml de alcohol etílico. Disolver 25 mg de azul de metileno en 12.5 ml de alcohol etílico. Combinar las dos soluciones. Preparar mensualmente.
- ✎ Solución de ácido bórico: En un matraz aforado de 250 ml disolver 5 g de H_3BO_3 en aproximadamente 200 ml de agua, agregar 2.5 ml de solución indicadora mixta y aforar. Preparar mensualmente.
- ✎ Solución H_2SO_4 0.02 N. Tomar 20 ml de H_2SO_4 1 N (2.8 ml H_2SO_4 concentrado / L) y diluir con agua destilada a 1 litro.
- ✎ Solución NaOH 6N. Pesar 240 g de NaOH y disolver en agua destilada. Aforar a 1 litro, guardar en recipientes de plástico, no de vidrio.
- ✎ Solución indicadora de fenolftaleína.

Procedimiento

✎ Técnica semimicro

Se toma un volumen de muestra de acuerdo a la concentración que se espere y se diluye con agua destilada a 200 ml, preparándose también un testigo con 200 ml de agua destilada; la muestra y el blanco se transfieren a matraces Kjeldahl de 300 ml, añadiendo perlas de ebullición. Ambos se someten al siguiente tratamiento:

- 1.- Añadir 25 ml de la solución amortiguadora y 0.5 ml de indicador de fenolftaleína, si la cantidad de álcali no es suficiente, no aparecerá el color rojo de la fenolftaleína. En ese caso se deberán añadir 1 ó 2 ml más de la solución 6N de NaOH.
- 2.- Colocar el matraz en el equipo de destilación Kjeldahl y conectarlo al bulbo del aparato. Colocar un matraz Erlenmeyer con 20 ml de la solución de ácido bórico, para coleccionar el destilado, teniendo cuidado que la punta del refrigerante quede sumergida en el líquido del matraz receptor.
- 3.- Encender las parrillas del aparato, abrir la llave de circulación de agua y destilar. Al empezar a recibirse el destilado que contiene amoníaco, se observa que el color de la solución de ácido bórico vira de lavanda pálido a verde esmeralda.
- 4.- Colectar aproximadamente 150 ml de destilado, incluyendo los 20 ml de la solución de ácido bórico. Apagar el aparato y sacar de inmediato la punta del refrigerante del líquido. Enjuagar la punta del refrigerante con una pequeña cantidad de agua y reunir el agua de lavado con el destilado coleccionado. Titular con el H_2SO_4 0.02 N hasta que la solución vire de verde esmeralda a lavanda pálido.

- 5.- No desechar el residuo líquido de la destilación, ya que en él están los demás compuestos orgánicos nitrogenados. Este residuo se utilizará como muestra para la determinación de nitrógeno orgánico.

Cálculos

$$\text{mg N-NH}_3/\text{L} = \left(\frac{(A - B) \times 14000 \times N}{\text{ml de muestra}} \right)$$

A= volumen de H₂SO₄ utilizado para la muestra

B= volumen de H₂SO₄ utilizado para el testigo

N= normalidad del H₂SO₄

14,000 = peso equivalente del nitrógeno, en mg

Cuestionario

1. Calcular los estados de oxidación del nitrógeno en los 5 compuestos que se mencionan en la introducción.
2. ¿Cuál es el significado ambiental de la presencia de amoníaco en el agua residual municipal? ¿Cuál es la concentración máxima permitida, de nitrógeno amoniacal en agua potable, de acuerdo a la norma oficial mexicana?
3. ¿Por qué se debe tener cuidado de que el tubo del refrigerante quede sumergido en la solución de ácido bórico?

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineerin*,. Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-026-SCFI-2001. Análisis de agua.- Determinación de nitrógeno total Kjeldahld en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba.

Fecha:

D
M
A

Nitrógeno Orgánico

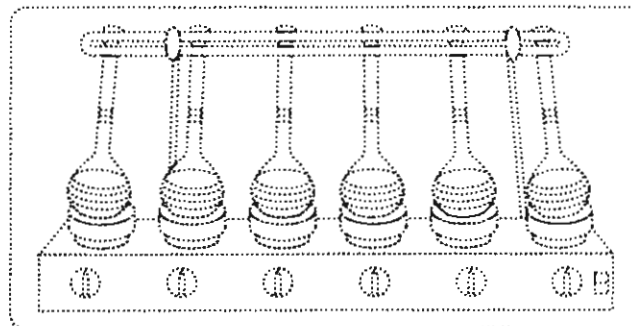




DIAGRAMA DE FLUJO



NITRÓGENO ORGÁNICO

Introducción

Todo el nitrógeno presente en compuestos orgánicos se considera como nitrógeno orgánico, esto incluye el nitrógeno presente en aminoácidos, aminas, imidas, nitroderivados, etc. En el análisis de aguas residuales, algunos de esos grupos de compuestos son poco significativos ya que la mayor parte del nitrógeno presente está en forma de proteínas o sus productos de degradación: polipéptidos y aminoácidos. Los métodos de medición usados en el análisis de agua están diseñados para asegurar la determinación de estos últimos compuestos, sin considerar otras formas de nitrógeno orgánico.

Principio

Técnica semimicro

Se determina el contenido de nitrógeno orgánico en el residuo de la destilación, una vez que se determinó el contenido de nitrógeno amoniacal. Esta técnica permite medir todo el nitrógeno presente en los compuestos orgánicos, con excepción del amoniaco (que fue previamente destilado) y los nitroderivados.

Muchos de los compuestos orgánicos nitrogenados pueden ser considerados "derivados" del amoniaco, por lo que la destrucción por oxidación, de la fracción orgánica libera al nitrógeno presente bajo la forma de ión amonio.

El método de Kjeldahl utiliza como agente oxidante al ácido sulfúrico concentrado. El proceso de oxidación se realiza rápidamente, a temperaturas ligeramente inferiores al punto de ebullición del ácido sulfúrico (340° C); el punto de ebullición del ácido se eleva al añadir como catalizador, sulfato de sodio o de potasio. La adición de catalizadores, como el sulfato de cobre o el sulfato mercúrico, favorece la destrucción de la molécula de algunos compuestos orgánicos resistentes a la oxidación.

En el método de Kjeldahl, el nitrógeno orgánico se transforma en sulfato de amonio $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$. Si no se han eliminado por destilación, tanto el amoniaco libre como el nitrógeno amoniacal también se convierten en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Durante la digestión de la muestra, cuando se utiliza sulfato mercúrico como catalizador, se forma un complejo de mercurio y amonio que en un segundo momento, al reaccionar con tiosulfato de sodio en medio alcalino, da lugar a la liberación del amoniaco formado.

En la reacción, el carbono y el hidrógeno son oxidados a bióxido de carbono y agua, respectivamente, en tanto que el ion sulfato es reducido a bióxido de azufre. El grupo amino es liberado como amoniaco, pero no puede escapar del ambiente ácido y se queda disuelto como una sal de amonio.



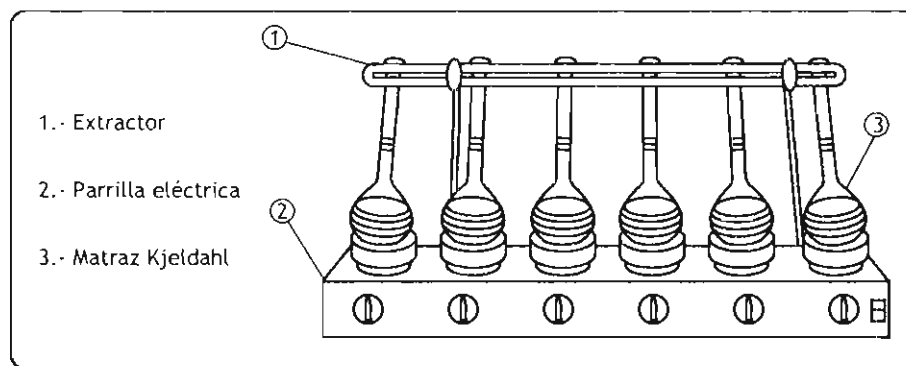
Objetivo

Determinar la concentración de nitrógeno total y de nitrógeno orgánico en una muestra de agua residual.

Equipo utilizado

* Se utiliza el mismo material que para la determinación de nitrógeno amoniacal, además del equipo digestor Kjeldahl (Fig. 7).

Fig. 7 Aparato digestor Kjeldahl



Reactivos

* Se requieren los mismos reactivos que para la determinación de nitrógeno amoniacal, además de los siguientes:

Solución de sulfato mercúrico: Disolver 2 g de óxido de mercurio rojo en 12.5 ml de ácido sulfúrico (1:5) y aforar a 25 ml con agua destilada.

Solución de ácido sulfúrico-sulfato mercúrico-sulfato de potasio: Disolver en 163 ml de agua 33.5 g de sulfato de potasio, adicionar 50 ml de ácido sulfúrico concentrado y 6.3 ml de solución de sulfato mercúrico. Aforar a 250 ml.

Solución de hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio: Disolver en agua 125g de hidróxido de sodio y 6.25g de tiosulfato de sodio y aforar a 250 ml.

Método experimental

- 1.-Utilizar el residuo líquido obtenido en la determinación de nitrógeno amoniacal.
- 2.-Enfriar el residuo contenido en el matraz Kjeldahl. Añadir 20 ml de la solución de ácido sulfúrico-sulfato mercúrico-sulfato de potasio.



- 3.-Colocar el matraz en la parrilla de digestión y calentar la mezcla a una temperatura que no exceda los 371°C, hasta la eliminación total de los gases de SO₂ (humos blancos) y que la solución se torne incolora o amarillo paja pálido. Digerir durante 30 minutos más. La digestión debe hacerse en un sistema que permita la extracción de los gases de la digestión, puede ser un sistema de vacío o se pueden coleccionar los vapores en una solución alcalina (NaOH al 10 %, aprox).
- 4.-Enfriar el matraz y su contenido, agregar 100 ml de agua y 0.5 ml de indicador de fenolftaleína. Inclinar el matraz y añadir cuidadosamente 20 ml del reactivo de hidróxido-tiosulfato para formar una densa capa alcalina, que se desplaza hasta el fondo del matraz.
- 5.-Si la cantidad de álcali no es suficiente, no aparecerá el color rojo de la fenolftaleína. En ese caso se deberán añadir 5 ó 10 ml más del reactivo de hidróxido-tiosulfato. En el matraz se deben observar claramente dos capas líquidas separadas. Conectar el matraz al aparato de destilación y agitarlo para que se mezcle el contenido.
- 6.-Iniciar el calentamiento para destilar el amoniaco formado, teniendo cuidado de que el agua del refrigerante se mantenga fría y la punta del refrigerante esté dentro del líquido colector. El condensado se colecciona en un matraz Erlenmeyer que contiene 20 ml de la solución de ácido bórico con indicador. Al capturar el amoniaco, el color de la solución de ácido bórico cambia de lavanda pálido (lila) a verde.
- 7.-Suspender la destilación cuando se hayan coleccionado aproximadamente 200 ml de condensado, incluyendo los 20 ml de la solución de ácido bórico. Se retira el matraz colector y se titula con H₂SO₄ 0.02 N hasta que el color de la solución vire nuevamente de verde a lavanda pálido.

Cálculos

$$\text{Nitrogeno orgánico en mg/L} = \frac{(A - B) 14000 \times N}{V}$$

En donde:

A = volumen (ml) de la solución de ácido sulfúrico 0.02 N gastados en la muestra

B = volumen (ml) de la solución de ácido sulfúrico 0.02 N gastados en el blanco

V = volumen (ml) de muestra

N = Normalidad del ácido sulfúrico

14,000 = peso equivalente del nitrógeno, en mg

Nitrogeno total: N total Kjendahl= N-orgánico + N-NH₃



Cuestionario

1. Identifique las diferencias entre las técnicas para determinar nitrógeno amoniacal y nitrógeno total.
2. ¿Qué significa digerir la muestra?
3. ¿Por qué se debe realizar la digestión bajo condiciones satisfactorias de ventilación y extracción de gases?
4. ¿Qué nos indica un alto contenido de nitrógeno orgánico en una muestra de agua residual?

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A, 1989.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-026-SCFI-2001. Análisis de agua.- Determinación de nitrógeno total Kjeldahld en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba.

Fecha:

—D

—M

—A

Demanda Química de Oxígeno (DQO)

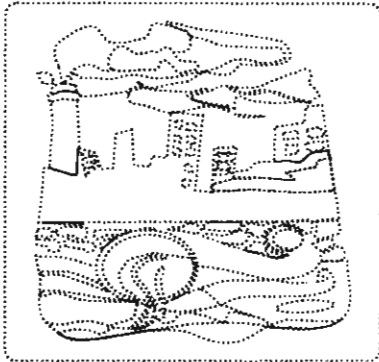




DIAGRAMA DE FLUJO



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

Introducción

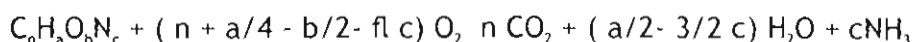
La demanda química de oxígeno (DQO) es una medición indirecta de la concentración de la materia orgánica total, degradable y no degradable, presente en una muestra de agua. En aguas residuales municipales, el valor de la DQO representa de 3 a 5 veces el valor de la DBO. Una de las limitaciones de la prueba de la DQO, es la imposibilidad para diferenciar entre la materia orgánica biológicamente oxidable y la que es resistente a dicha oxidación; en tanto que su ventaja principal es el corto tiempo que se necesita para hacer la determinación. La medición requiere aproximadamente 3 horas, en contraste con los 5 días que se necesitan para la medición de la DBO. Una vez que se han acumulado suficientes experiencias para establecer factores de correlación confiables, los datos de la DQO se pueden interpretar en términos de su correspondencia con la DBO.

En aguas contaminadas con sustancias inorgánicas oxidables, como: NO_2^{-1} , Fe^{+2} , Mn^{+2} y S^{-2} , se obtienen valores altos debido a que parte del oxígeno se consume en la oxidación de esos iones.

Principio

Para determinar la DQO a una muestra de agua se recurre a la oxidación enérgica con dicromato de potasio (a reflujo en un medio fuertemente ácido), de la materia orgánica y la materia inorgánica oxidable que se encuentran en el agua. El exceso de oxidante se mide por volumetría.

La prueba de la DQO es ampliamente utilizada para medir la contaminación de las aguas residuales domésticas e industriales. Esta prueba permite analizar las aguas residuales en términos de la cantidad total de oxígeno requerido para la oxidación de la materia orgánica e inorgánica, a bióxido de carbono y agua, de acuerdo con la ecuación:



Los compuestos orgánicos, con muy pocas excepciones, pueden ser oxidados por la acción de agentes oxidantes fuertes bajo condiciones ácidas. La fracción mayoritaria del nitrógeno orgánico es reducida a nitrógeno amoniacal, como muestra la ecuación, en tanto que el nitrógeno presente en estados de oxidación altos puede ser oxidado a nitratos.

Compuestos orgánicos de bajo peso molecular y ácidos grasos, no se oxidan con el dicromato en ausencia de un catalizador, Los iones Ag^+ son catalizadores eficientes para dicha oxidación. Los hidrocarburos aromáticos y las pirimidinas no se oxidan bajo ninguna circunstancia.

Durante la determinación de DQO, la materia orgánica se transforma, por reacción química, en CO_2 y H_2O , de forma semejante a la asimilación biológica de las sustancias;



por ejemplo, la glucosa y la celulosa son completamente oxidadas al usar esta técnica. En contraste, los residuos de pulpa de madera son pobremente degradados biológicamente (DBO) debido a su alto contenido de lignina, materia orgánica biológicamente resistente. Es por ello que los valores de DQO son generalmente más altos que lo de DBO, para una misma muestra.

Una de las principales limitantes de la utilidad de la DQO es que no permite diferenciar entre la materia orgánica biológicamente oxidable y la biológicamente inerte. Es decir, no proporciona información de la velocidad a la cual la materia orgánica biológicamente activa podría ser estabilizada, bajo condiciones que existan en la naturaleza.

La ventaja principal de la DQO es el corto tiempo que se requiere para su determinación (3 horas), en comparación con los 5 días que son necesarios, razón por la que la DQO se usa en ocasiones en sustitución de la DBO, para una estimación empírica e indirecta del contenido de materia orgánica en una muestra de agua.

La determinación podría hacerse a escala macro (técnica de reflujo abierto), pero es preferible hacerla a escala micro (técnica de reflujo cerrado) ya que como es de esperarse, esta última genera menor volumen de contaminantes, además de que oxida más eficientemente los compuestos orgánicos volátiles debido a que, al no evaporarse, se mantienen por más tiempo en contacto con el oxidante.

Objetivo

- ✍ Determinar la demanda química de oxígeno en una muestra de agua residual

Equipo utilizado

- Matraz volumétrico, 250 ml
- Matraz volumétrico, 50 ml
- Bureta, 25 ml
- Pinzas para bureta
- Pipeta serológica, 10 ml
- 2 Soportes
- Frascos para residuos
- Frasco gotero
- Piseta
- Espátula
- 3 Tubos de ensaye de 15 ml de capacidad, con tapón de rosca
- Gradilla
- Placa de calentamiento, con temperatura controlada ($150 \pm 2^\circ\text{C}$)
- 3 Matraces Erlenmeyer de 125 ml

Reactivos

- *Solución de ácido sulfúrico-sulfato de plata:* Pesar 2.378 g de sulfato de plata y disolver en 250 ml de H_2SO_4 concentrado (la disolución requiere de 1 a 2 días)
- *Solución indicadora de ferroína:* Disolver en agua 0.743 g de 1,10-fenantrolina y 0.348 g de sulfato ferroso heptahidratado, aforar a 50 ml y homogeneizar.
- *Solución de digestión:* dicromato de potasio 0.0167 M. Añadir 1.23 g de dicromato de potasio, 41.8 ml de ácido sulfúrico concentrado (con cuidado) y 8.3 g de sulfato mercúrico, a 125 ml de agua destilada. Disolver, enfriar a temperatura ambiente y diluir a 250 ml.
- *Sulfato ferroso amoniacal (SAF) 0.10 M:* Disolver 9.8 g de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado $Fe(NH_4)_2(SO_4) \cdot 6H_2O$ en agua destilada. Añadir 5 ml de H_2SO_4 concentrado y diluir a 250 ml. Preparar el día que va a ser utilizada ya que el título cambia conforme pasa el tiempo. Para titularla, utilice en vez de muestra, 2.5 ml de agua destilada y adicione los volúmenes de reactivo que aparecen en la Tabla 1, deje enfriar y titule con la solución de sulfato ferroso amoniacal usando ferroína como indicador.

$$M = \frac{\text{ml de } K_2Cr_2O_7, 0.0167M \times 0.10}{\text{ml de SAF gastados}}$$

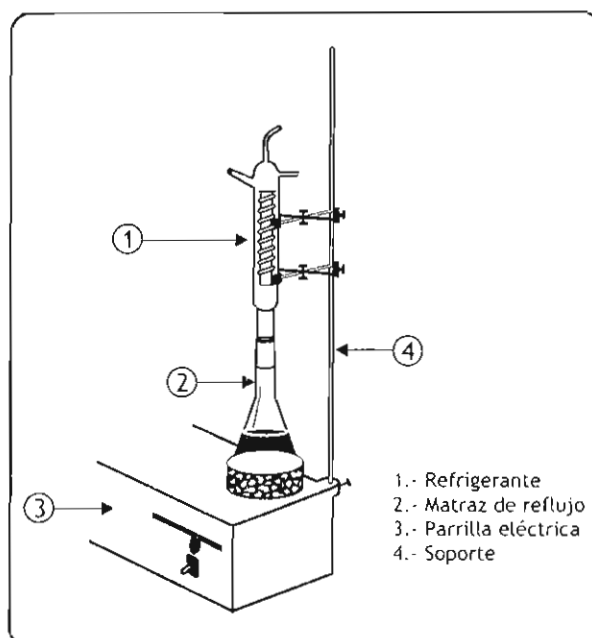


Fig. 9 Equipo Friedrich para determinación de DQO



Procedimiento

Técnica de reflujo cerrado

- 1.-Se recomienda analizar la muestra inmediatamente después de su toma, o mantenerla a 4°C.
- 2.-Lavar los tubos y los tapones con solución al 20% de ácido sulfúrico antes de utilizarlos por primera vez.
- 3.-Consultar la Tabla 1 para seleccionar los volúmenes adecuados de reactivos y muestras, generalmente se utilizan muestras de 2.5 ml.
- 4.-Colocar la muestra en el tubo y añadir la solución de digestión. Verter con cuidado el ácido sulfúrico-sulfato de plata de manera que se forme una capa de ácido debajo de la solución de digestión.
- 5.-Apretar bien el tapón e invertir varias veces para obtener una mezcla homogénea.
- 6.-Colocar los tubos en la parrilla de calentamiento y fijar la temperatura en 150°C. Mantener los tubos en reflujo durante dos horas.
- 7.-Dejar enfriar los tubos hasta temperatura ambiente. Vaciar el contenido a matraces Erlenmeyer de 125 ml.
- 8.-Añadir 1 o 2 gotas de indicador de ferroína y agitar mientras se titula con la solución 0.10 M de SAF. El punto final de la titulación es el primer vire de azul-verdoso a café-rojizo. El color azul-verdoso puede reaparecer después de algunos minutos.
- 9.-Tratar de la misma manera el blanco de reactivos, que en lugar de muestra contiene agua destilada.

Tabla1. Volúmenes de muestra y reactivos para la técnica de micro DQO

Tubo de digestión	Muestra mL	Solución de digestión mL	mL H ₂ SO ₄ -AgSO ₄	Volumen total mL
Tubos de cultivo				
16 x 100 mm	2.5	1.5	3.5	7.5
20 x 150 mm	5.0	3.0	7.0	15
25 x 150 mm	10.0	6.0	14.0	30.0
ampolletas de 10 mL	2.5	1.5	3.5	7.5

Cálculos

Calcular utilizando la fórmula:

$$\text{DQO em mg de O}_2/\text{L} = \frac{(A - B) \times M \times 8000}{\text{ml de muestra}}$$



Donde:

A= ml de SAF utilizados en la titulación del blanco

B= ml de SAF utilizados en la titulación de la muestra

M= molaridad del SAF

8000= peso equivalente del oxígeno (mg)

Cuestionario

1. ¿Por qué se recomienda analizar la muestra inmediatamente después de su toma, o mantenerla a 4°C?
2. ¿Qué coloración debe tener la muestra al concluir el refluo y por qué? ¿Qué significa el que, antes de concluir el tiempo del refluo, alguna de la muestras tome color verdoso?
3. La normatividad mexicana incluye la determinación de DBO pero ya no contempla la de DQO. ¿Qué relación existe entre esos dos parámetros?
4. Revise las técnicas de DBO y DQO e identifique las ventajas o desventajas de cada uno y dé una explicación razonada de su interrelación.
5. Revise bibliográficamente las técnicas de refluo abierto y refluo cerrado e identifique las ventajas o desventajas de cada uno y dé una explicación razonada de su interrelación

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Centro Mexicano de Química en Microescala, Universidad Iberoamericana, Notas del curso, *Experimentos de Química Ambiental*, México, 2000.
- 4.- Norma Mexicana NMX-AA-030-SCFI-2001. Análisis de agua-Determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba.

Fecha:

—D

—M

—A

Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

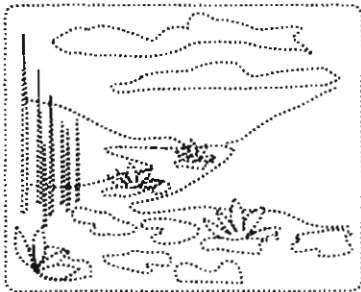




DIAGRAMA DE FLUJO



DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO)

Principio

La determinación de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO) es una prueba empírica en la que se utilizan procedimientos estandarizados de laboratorio para determinar los requerimientos relativos de oxígeno de las aguas contaminadas, residuales y efluentes.

Esta prueba mide el oxígeno utilizado durante un periodo de incubación especificado para la degradación bioquímica de materia orgánica (requerimiento del carbono). Se mide también el oxígeno utilizado para oxidar las formas reducidas de nitrógeno (requerimiento del nitrógeno) a menos que se impida esta oxidación por medio de un inhibidor.

Los procedimientos de siembra y disolución proporcionan una valoración de DBO a un pH entre 6.5 y 7.5; se debe utilizar un inhibidor químico para evitar la interferencia de nitrógeno.

Método de DBO₅

El método consiste en llenar hasta rebosar, con la muestra problema, un frasco hermético del tamaño especificado e incubarlo a una cierta temperatura durante 5 días. Antes y después de la incubación se mide el oxígeno disuelto (OD), la DBO₅ se calcula a partir de la diferencia entre el contenido de oxígeno inicial y el final. Debido a que el oxígeno disuelto se determina inmediatamente después de hacer la dilución, todo el oxígeno captado, incluido el que reacciona durante los primeros 15 minutos, aparece en la determinación de la DBO₅.

La muestra de agua debe analizarse inmediatamente, o almacenarla en refrigeración a una temperatura de 4°C.

Objetivo

✍ Determinar la demanda bioquímica de oxígeno en una muestra de agua residual

Equipo utilizado

- Incubadora refrigerada a $20 \pm 1^\circ\text{C}$
- Equipo de aireación, con compresor, trampa para grasas y difusor (deseable)
- Medidor de concentración de oxígeno disuelto
- Matraz aforado, 1L
- Botellas Winkler, 300 ml
- Pipetas volumétricas con punta alargada



Reactivos

- ✎ Solución amortiguadora de fosfatos: Disolver en 500 ml de agua 8.5 g de KH_2PO_4 , 33.4 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 21.75 g de K_2HPO_4 y 1.7g de NH_4Cl . Diluir a 1L.
- ✎ Solución de sulfato de magnesio: Disolver 22.5g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluir a un litro.
- ✎ Solución de cloruro de calcio: Disolver en agua destilada 27.5 g de cloruro de calcio (CaCl_2) y aforar a 1L.
- ✎ Solución de cloruro férrico: Disolver en agua destilada 0.25 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y diluir a 1L.
- ✎ Solución de ácido sulfúrico 0.1N (2.8 ml de H_2SO_4 concentrado/ litro)
- ✎ Solución de NaOH 0.1N (4 g de NaOH/litro)

Preparación del agua de dilución. Adicionar 1 ml de cada uno de los reactivos 1, 2, 3 y 4 por cada litro de agua destilada, previamente saturada con aire.

Procedimiento

- 1.-Medir el pH de las muestras y, si fuera necesario, neutralizarlas (pH 6.5-7.5) adicionándoles gotas de la solución de H_2SO_4 o de NaOH, según se requiera.
- 2.-Si la DBO_5 de la muestra no excede de 7 mg/L no es necesario diluirla. Se le debe llevar a una temperatura de 20°C y airearla durante 30 minutos. Preparar muestras por triplicado.
- 3.-Si la DBO_5 de la muestra excede 7 mg/L preparar una serie de diluciones de la muestra, con agua de dilución, llenando por cada una de ellas tres botellas Winkler. Para diluirla se deben medir, con una pipeta volumétrica, volúmenes apropiados de la muestra (1, 2 y 3 ml), vaciarlos en botellas de Winkler (3, de cada dilución) y completar el volumen con agua de dilución. Las botellas deben quedar completamente llenas para que no queden burbujas de agua, pero sin que el líquido se derrame. La tabla I muestra las diluciones recomendadas para diferentes tipos de agua.
- 4.-Analizar de inmediato el oxígeno de una de las botellas correspondientes a cada dilución (método yodométrico o electrométrico). Incubar las demás botellas a 22°C durante 5 días, manteniendo un sello hidráulico que impida el contacto con el aire atmosférico.
- 5.-Después de 5 días de incubación determinar la cantidad de oxígeno disuelto en las muestras que fueron incubadas.
- 6.-Si por su origen y apariencia o, en el caso de muestras coloreadas, o que han estado sometidas a elevadas temperaturas o a condiciones extremas de pH, se presume que la muestra de agua problema tiene bajo contenido de microorganismos, antes de incubarse, las muestras deben inocularse con agua de dilución a la que se le ha agregado de 1 a 10 ml de agua residual doméstica por litro. En este caso, se deberá corregir el valor de DBO_5 determinando la DBO_5 del agua de dilución inoculada y restándolo al valor experimental encontrado.



Cálculos

$$DBO_5 = \frac{OD_i - OD_f}{\text{dilución de la muestra, expresada en decimales}}$$

Donde:

OD_i = oxígeno disuelto inicial, mg/L

OD_f = oxígeno disuelto en las muestras incubadas durante 5 días, mg/L

Tabla 1. Volúmenes de muestra recomendados para diluciones al hacer la prueba de la DBO_5 .

Tipo de desecho	DBO_5 (estimada) en mg/L	mL de muestra para una botella Winkler de 300 mL
Aguas de desecho industrial concentrado	500 - 5000	0.2 - 0.5
Aguas residuales domésticas	100 - 500	0.5 - 5.0
Efluentes tratados	20 - 100	5.0 - 40.0
Aguas contaminadas de río	5 - 20	40.0 - 250.0

Cuestionario

1. ¿Por qué debe analizarse la muestra de inmediato o ser mantenida a 4°C?
2. ¿Cuál es la razón para utilizar 20- 22°C, como temperatura de incubación?
3. Se indica que en caso de DBO elevada se diluya la muestra. ¿Cuál es la razón para hacer dicha dilución?
4. ¿Cómo funciona el "sello hidráulico" de un frasco Winkler?

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF (1989), *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A.
- 3.- Norma Mexicana NMX-AA-028-SCFI-2001. Análisis de agua-Determinación de demanda bioquímica de oxígeno en aguas naturales (BO_5) y residuales y residuales tratadas- Método de prueba.

Fecha:

D

M

A

Coliformes Fecales por Filtración de Membrana

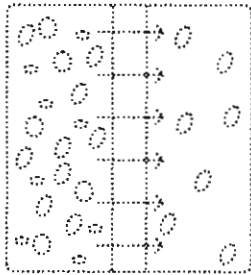




DIAGRAMA DE FLUJO



COLIFORMES FECALES POR FILTRACIÓN DE MEMBRANA

Principio

Las bacterias coliformes incluyen los géneros *Escherichia* y *Aerobacter*. El uso de coliformes como indicador es complicado, ya que ambos pueden crecer en la tierra. Por eso la presencia de coliformes no siempre indica contaminación por desechos humanos. Aparentemente *Escherichia coli* es enteramente de origen fecal.

La prueba estándar para determinar un grupo de coliformes puede efectuarse utilizando la técnica de filtración por membrana, para la determinación de la presencia de bacterias indicadoras en grandes volúmenes de agua, mediante conteo directo.

Esta determinación puede llevarse a cabo pasando un volumen conocido de agua a través de un filtro membrana que tiene un tamaño de poro muy pequeño (0.45 μ m). Las bacterias se retienen en el filtro debido a que el tamaño de estos microorganismos es mayor que el de los poros. Después las bacterias se ponen en contacto con agar que contiene los nutrientes necesarios para el crecimiento de las bacterias. Después de la incubación, las colonias de coliformes pueden contarse, y la concentración original de la muestra de agua puede ser determinada.

Objetivo

- ✎ Determinar los coliformes fecales presentes en una muestra de agua residual

Equipo utilizado

- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ Autoclave ▪ Incubadora a $35 \pm 0.5^\circ\text{C}$ ▪ Esterilizador de pipetas de acero inoxidable ▪ Contador de colonias, manual ▪ Unidad de filtración de membrana (base de filtro y embudo)¹ ▪ Soporte múltiple para unidades de filtración ▪ Bomba de vacío con trampa de agua. ▪ Matraz Kitazato con accesorios para filtración al vacío ▪ Pinzas bacteriológicas, planas o curvas, con puntas lisas ▪ Cajas petri de 50 ó 60 mm de diámetro | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Alcohol, etanol o metanol, en frasco pequeño de boca ancha ▪ Mechero Fisher ▪ Pipetas bacterioológicas o Mohr, de vidrio¹ ▪ Frascos pyrex para dilución con marca a los 99 ml, con tapón de rosca y sellos de neopreno¹ ▪ Frascos ámbar de reactivos de 250 ml ▪ Matraces Erlenmeyer para preparación del medio de cultivo ▪ Filtros de membrana de 47 mm de diámetro, con cuadrícula y tamaño de poro de 0.45 μm ▪ Cojines absorbentes |
|--|---|

⁽¹⁾ Este material debe estar envuelto en papel aluminio o estraza y haber sido esterilizado en la estufa a 180°C durante 3 horas.

Reactivos

Medio de cultivo: Puede ser caldo o agar. Para el caso en que se emplee el caldo se requieren cojines absorbentes estériles del tamaño del filtro. El agar se vierte directamente sobre la caja de petri.

I. - Caldo M-FC

- ✎ Solución 0.2 N de NaOH.
- ✎ Solución de ácido rosólico: Disolver 1g de ácido rosólico en 100 ml de solución NaOH 0.2N . Guardar en un frasco ámbar a 4°C, desechar después de dos semanas.
- ✎ Caldo M-FC: Tomar 10 ml de la solución de ácido rosólico, agregar 1 litro de agua destilada y 37g de medio M-FC. Calentar en baño maría hasta que se disuelva. Desechar la solución que no se emplee en el término de 96 horas. No se esterilice en el autoclave.

II. - Agar M-FC

- ✎ Agregar 48g de agar M-endo LES a 1 litro de agua destilada que contenga 20 ml de etanol de 95%. Calentar hasta la ebullición y enfriar para obtener una película de 2 mm, dejar que solidifique. Proteger de la luz el medio preparado; puede almacenarse a 4°C hasta por 2 semanas.

III. - Agua de dilución

Puede emplearse cualquiera de las dos fórmulas siguientes:

a) Agua buffer de fosfatos

- ✎ Solución 1 N de NaOH
- ✎ Solución stock buffer de fosfato: En 500 ml de agua destilada disolver 34g de KHPO_4 , ajustar el pH de la solución a 7.2 con la solución de NaOH y aforar a 1000 ml con agua destilada. Esterilizar mediante filtración de membrana, o en el autoclave (15 min. a 121°C). Conservar a 4°C hasta su empleo. Manejar asépticamente. Desechar y preparar una nueva solución si se observa cualquier signo de contaminación.
- ✎ Solución de cloruro de magnesio: Diluir 3.8g de MgCl_2 en 100 ml de agua destilada.
- ✎ Solución de trabajo: Diluir 1.25 ml de la solución stock buffer de fosfato y 5 ml de la solución de MgCl_2 en 1000 mL de agua destilada. El pH final de la solución deberá ser 7.2 ± 0.1 .

b) Agua de dilución de peptona

Diluir 1g de peptona en 1000 ml de agua destilada. El pH final de la solución deberá ser 7.0 ± 0.1 . Esterilizar en autoclave 30 minutos a 121°C .

Procedimiento

- 1) Esterilizar la mesa de trabajo cuidadosamente, rociándola con alcohol y flameando. Trabajar con mecheros Fisher encendidos o dentro de la campana de flujo laminar.
- 2) Preparar el medio requerido para la prueba y el agua de dilución. Si el medio es agar, enfriar a temperatura ambiente para que solidifique en las cajas de petri.
- 3) Si se emplea caldo, colocar el cojín absorbente en el fondo de una caja petri estéril; emplear pinzas estériles para colocar los cojines. Esterilizar las pinzas sumergiéndolas en el frasco con alcohol y flameándolas. Añadir aproximadamente 2 ml de caldo al cojín, saturándolo sin anegarlo. Drenar el exceso de caldo si es necesario.
- 4) Para diluir una muestra, se transfiere un volumen conocido (usualmente 1.0 ml de muestra, aunque se pueden usar otras cantidades) a través de una serie de volúmenes conocidos (9 ó 99 ml) de agua de dilución. Repetir este procedimiento hasta alcanzar la densidad bacteriana deseada. Para facilitar su cálculo y su preparación, las diluciones en serie deberán efectuarse empleando cada vez, volúmenes diez veces mayores, lo que se conoce como diluciones decimales.

Los límites aceptados normalmente para enumerar colonias en el método de filtración de membrana (20-60, 20-80 o 20-100) requieren que las series de diluciones decimales sean modificadas.

El método recomendado para obtener conteos dentro de los límites es la filtración de volúmenes de dilución de las series decimales que tengan un factor de 3, 4 ó 5 entre ellas como se muestra en la tabla.

El procedimiento para llevar a cabo las diluciones es el siguiente:

- 1.- Extraer 1.0 y 0.1 ml de la muestra original para probar las muestras directamente, empleando volúmenes de 1×10^0 y 1×10^{-1} ml, respectivamente.
- 2.- Transferir un segundo volumen de 1.0 ml a un frasco de dilución con 99 ml de solución buffer (dilución A). Agitar la muestra vigorosamente 25 veces y extraer 1.0 ml de la muestra diluida para análisis de los volúmenes de muestra de 1×10^{-2} y 1×10^{-3} .

La dilución resultante se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Relación de dilución} = \frac{\text{Volumen de la muestra}}{\text{Volumen del testigo de dilución} + \text{volumen de muestra}}$$

o bien:

$$\frac{1.0 \text{ ml}}{99.0 + 1.0 \text{ ml}} = \frac{1}{100}$$

VOLÚMENES DE MUESTRAS RECOMENDADOS PARA EL ANÁLISIS DE FILTRACIÓN DE MEMBRANA					
Intervalos de conteo de colonias en filtros de membrana					
20-60		20-80		20-100	
Volumen de muestra en ml	En forma de:	Volumen de muestra en ml	En forma de:	Volumen de muestra en ml	En forma de:
0.01	1 ml de 10 ⁻²	0.04	4 ml de 10 ⁻²	0.01	1 ml de 10 ⁻²
0.03	3 ml de 10 ⁻²	0.15	1.5 ml de 10 ⁻²	0.05	5 ml de 10 ⁻²
0.10	1 ml de 10 ⁻¹	---	---	---	---
0.30	3 ml de 10 ⁻¹	0.50	5 ml de 10 ⁻¹	0.25	2.5 ml de 10 ⁻¹
1.00	1 ml de muestra	---	---	---	---
3.00	3 ml de muestra	2.00	2 ml de muestra	1.25	1.25 ml de muestra
10.00	10 ml de muestra	8.00	8 ml de muestra	6.00	6 ml de muestra
30.00	30 ml de muestra	30.0	30 ml de muestra	30.0	30 ml de muestra

3. Cuando se transfiere 1.0 ml de la dilución A, a un segundo frasco de dilución B, la relación de dilución para el frasco B corresponde al producto de las diluciones individuales, como sigue:

$$A \times B = \text{Relación total o final de dilución}$$

o bien:

$$\frac{1}{100} \times \frac{1}{100} = \frac{1}{10,000}$$

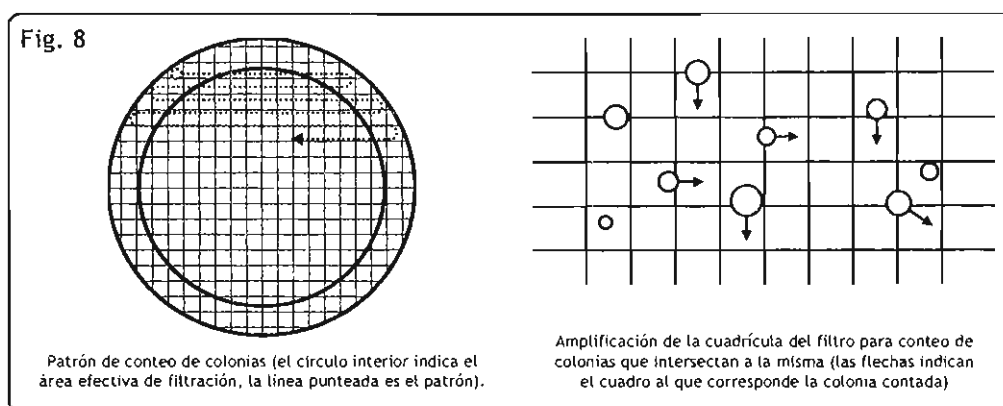
Los volúmenes de 0.1 mL pueden analizarse directamente de cada disolución de una serie, para dar diluciones intermedias.

- 4.- Ordenar las cajas petri en series de acuerdo a las diluciones y marcar cada caja para identificar la muestra, el volumen filtrado y la dilución.
- 5.- Usando pinzas estériles colocar el filtro de membrana con la cuadrícula hacia arriba sobre la placa porosa de la base del filtro. Los filtros deben tomarse exclusivamente por las orillas para evitar tocar las áreas de filtrado o dañar la superficie del filtro de membrana.



- 6.- Colocar el embudo sobre la base de la unidad de filtración, cuidando de no dañar o desacomodar el filtro de membrana. Este filtro quedará sujeto entre el embudo y la base.
- 7.- Agitar vigorosamente el frasco que contiene la muestra o dilución (cerca de 25 veces).
- 8.- Preparar por lo menos tres diluciones por muestra, ya que la técnica de filtración de membrana sólo acepta de 20 a 80 colonias por filtro. Medir el volumen deseado de muestra en el embudo con el vacío apagado.
- 9.- Con el fin de medir el volumen de muestra con precisión y obtener una buena distribución de las colonias sobre la superficie del filtro, se recomienda lo siguiente:
 - a. Para volúmenes de muestra de 20 ml o más: Medir la muestra en una probeta estéril y verterla en el embudo. Enjuagar la probeta dos veces con agua de dilución estéril y verter el enjuague al embudo. Para aguas potables, un volumen de 100 ml puede ser medido directamente en un embudo precalibrado.
 - b. Para volúmenes de muestra de 10 a 20 ml: Medir la muestra con una pipeta estéril de 10 ó 20 ml y verterla en el embudo.
 - c. Para muestras de volúmenes inferiores a 10 ml: Verter aproximadamente 10 ml de agua de dilución estéril en el embudo y añadir la muestra al agua estéril con una pipeta estéril.
 - d. Para muestras de volumen inferior a 0.1 ml: Preparar diluciones de acuerdo con el procedimiento de la sección correspondiente.
 - e. El tiempo que pase entre la preparación de las diluciones y la filtración, debe ser mínimo y nunca exceder los 30 minutos.
 - f. Encienda el vacío para filtrar la muestra. Dejarlo encendido mientras se enjuagan las paredes del embudo al menos 2 veces con 20 ó 30 ml de agua de dilución estéril. Apagar el vacío.
 - g. Remover el embudo de la base de la unidad de filtración.
 - h. Sosteniendo el filtro de membrana por las orillas con las pinzas esterilizadas; levantarlo delicadamente y colocarlo en la caja petri con la cuadrícula hacia arriba. Deslice el filtro sobre el agar o el cojín absorbente.
 - i. Invertir la caja petri e incubarla por 24 horas para determinar coliformes totales.
 - j. Conteo de colonias: La cuadrícula del filtro de membrana, se emplea en el conteo de colonias. Contar las colonias en aquellos filtros que contienen de 20 a 80 colonias con un brillo verde metálico en la superficie y menos de 200 colonias de bacterias en total.
 - k. Se recomienda el empleo de un microscopio binocular de disección con ampliación de 10 ó 15x.

- l. Es importante que siga el patrón de conteo indicado en la figura siguiente. Algunas colonias crecerán sobre las líneas de la cuadrícula. La figura siguiente sugiere un procedimiento para reducir el error al contar estas colonias, que deberá hacerse según los cuadros que indican la flecha.



- m. Una lámpara fluorescente perpendicular al filtro de membrana es de gran utilidad. Las colonias deben contarse individualmente, aún cuando estén en contacto unas con otras. El técnico debe aprender a reconocer la diferencia entre dos o más colonias que han crecido juntas y una colonia única de crecimiento irregular. Las colonias que crecen juntas, muestran invariablemente una línea de contacto finísima.

Cálculos

- 1.- Se selecciona el filtro de membrana con el número de colonias en el intervalo aceptable y se calcula la cuenta en 100 ml de acuerdo con la fórmula general:

$$\text{Cuenta en 100 mL} = \frac{\text{número de colonias contadas} \times 100}{\text{Volumen de muestra filtrada en ml.}}$$

- 2.- El intervalo aceptable de colonias que puede contarse sobre una membrana está en función de algún parámetro, es decir, para que el resultado de la prueba tenga validez, el número de colonias de coliformes totales no debe ser inferior a 20 ni mayor a 80, existiendo un límite de 200 colonias de cualquier tipo.
- 3.- El analista no tendrá necesidad de contar las colonias de todos los filtros. Después de revisarlos, seleccionará aquellos que tengan de 20 a 80 colonias de coliformes y se abocará a contarlos.
- 4.- Después de seleccionar los mejores filtros de membrana para conteo, reportará el resultado efectuando la media aritmética de los resultados.



- 5.- Si todos los conteos se encuentran por debajo del límite inferior, se seleccionará el conteo que más se acerque a dicho límite. En el caso de aguas potables este límite es cero.
- 6.- Si todos los conteos de las membranas, son iguales a cero, se efectúa un cálculo estimado el número de colonias que habrían existido en 100 ml(n), si para el máximo volumen de muestra filtrada hubiera aparecido una colonia y se reportan como: "menos de n coliformes en 100 ml".
- 7.- Si todos los conteos se encuentran por arriba del límite superior, la cuenta se calcula con la muestra de volumen más pequeño filtrado y se reporta como: "conteo estimado en n colonias en 100 ml".
- 8.- Si las colonias son en exceso numerosas e impiden el conteo se toma el valor del límite máximo (80 colonias, en el caso de coliformes totales) como la base para el cálculo de n, empleando el volumen de muestra más pequeña y se reporta como: "más de n coliformes en 100 ml".
- 9.- Si no existen resultados por algún error o accidente en el laboratorio se reporta como: "sin resultados" y se especifica la razón.

Cuestionario

1. ¿Qué organismos comprende el grupo de los coliformes?
2. ¿Cuál es la prueba presuntiva y cuál la confirmativa?
3. ¿Cuáles son los coliformes fecales? ¿Por que son importantes?
4. ¿Qué es un organismo indicador?
5. ¿Qué significa NMP?

Bibliografía

- 1.- Sawyer, C.N., McCarty, P.L., *Chemistry for environmental engineering*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1978.
- 2.- APHA, AWWA, WPCF, *Standard methods for examination of water and wastewater*, 17th Edition, APHA, U.S.A., 1989.
- 3.- Norma mexicana- NMX-AA-42-1987- Calidad del agua determinación del numero mas probable (NMP) de coliformes totales, coliformes fecales (termotolerantes) y escherichia coli . Prueba presuntiva.

Metodologías para Evaluar la Calidad del agua
Se terminó de imprimir en el mes de septiembre del año 2006 en los talleres de la Sección de Impresión y Reproducción de la Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Azcapotzalco
La edición estuvo a cargo de la Sección de Producción y Distribución Editoriales
Se imprimieron 200 ejemplares más sobrantes para reposición.

ISBN: 970-31-0567-X



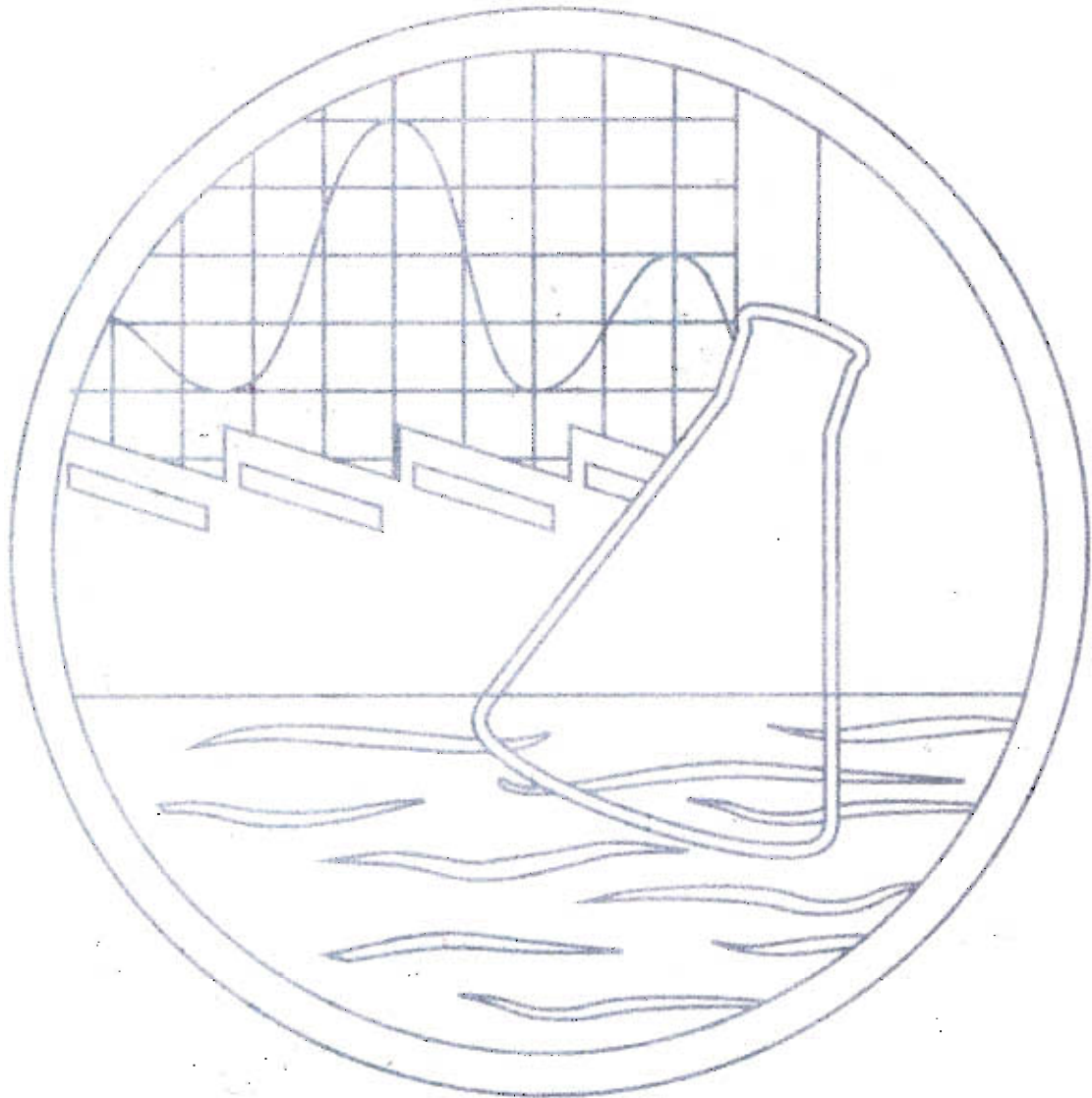
978-97031-05670

ESPINOSA VALDEMAR * SECCION DE IMPRESION

55729



\$ 24.00



ISBN 970-31-0567-X



UNIVERSIDAD
AUTÓNOMA
METROPOLITANA
Casa abierta al tiempo **Azcapotzalco**

División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Departamento de Energía
Coordinación de Extensión Universitaria
Sección de Producción y Distribución Editoriales