

_____ Guía de Laboratorio

Tratamiento de Aguas Residuales

Guía de Laboratorio
Tratamiento de Aguas Residuales

Primera edición digital
Huancayo, 2022

De esta edición

© Universidad Continental, Oficina de Gestión Curricular
Av. San Carlos 1795, Huancayo-Perú
Teléfono: (51 64) 481-430 anexo 7361
Correo electrónico: recursosucvirtual@continental.edu.pe
<http://www.continental.edu.pe/>

Cuidado de edición

Fondo Editorial

Diseño y diagramación

Fondo Editorial

Todos los derechos reservados.

La *Guía de Laboratorio*, recurso educativo editado por la Oficina de Gestión Curricular, puede ser impresa para fines de estudio.

Contenido

Presentación	5
Primera Unidad	7
Semana 1: Aprendizaje del manejo, colección e interpretación de los datos proporcionados por los equipos de laboratorio	8
Semana 2: Clasificación de sólidos	14
Semana 3: Determinación de los parámetros químicos del agua residual	28
Semana 4: Muestreo de los cuerpos hídricos superficiales y efluentes de aguas residuales	37
Bibliografía	58

Presentación

La asignatura de Tratamiento de Aguas Residuales desarrolla en los alumnos las competencias que les permitan conocer los principios fundamentales en el manejo de aguas residuales municipales o industriales, su tratamiento, la disposición y el reúso de las aguas tratadas. El uso de laboratorios permite a los estudiantes aprender mediante la experiencia y poner en práctica el método científico de ensayo y error. En virtud de lo anterior, la relevancia de las guías de laboratorio reside en brindar al estudiante un esquema estructurado para el desarrollo y comprensión de los procesos de tratamiento de aguas residuales a nivel de laboratorio para entender la naturaleza práctica del curso y aplicar soluciones de remediación de aguas.

Los contenidos generales que la asignatura desarrolla son los siguientes: Calidad del agua. Ingeniería y tratamiento sustentable de aguas residuales. Operaciones físicas unitarias, procesos químicos unitarios, procesos biológicos unitarios. Cinética de reacción. Procesos de purificación natural. Tratamientos fundamentales de aguas residuales: tratamiento preliminar, primario, secundario (biológico), avanzado. Tratamientos alternativos de aguas residuales: Precipitación química (coagulación, floculación y sedimentación). Tecnologías blandas de tratamiento de aguas. Procesamiento y disposición segura de lodos. Recuperación y reutilización de efluentes.

Al finalizar la asignatura, el estudiante será capaz de mejorar las características de los efluentes domésticos e industriales mediante la aplicación de técnicas de tratamiento y de procesos fisicoquímicos y biológicos.

Se recomienda a los alumnos tener en cuenta las normas básicas de laboratorio, la vestimenta, las normas de seguridad, la manipulación de sustancias químicas y la manipulación de residuos antes de empezar con el trabajo de laboratorio.

Primera Unidad



Aprendizaje del manejo, colección e interpretación de los datos proporcionados por los equipos de laboratorio

Sección: Fecha:/...../2022 Duración: 180 min.
 Docente: Unidad: I
 Apellidos y nombres:

Instrucciones

Leer detenidamente la guía de laboratorio antes de iniciar con el procedimiento práctico.

I. Objetivo

El estudiante será capaz de determinar los parámetros físicos en muestras de agua potable y residual, como, por ejemplo, color, olor, pH, conductividad eléctrica y turbidez.

II. Fundamento teórico

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

III. Materiales y equipos

1. Materiales

Ítem	Material	Característica	Cantidad
1	Agua	potable	1 litro
2	Agua	residual	1 litro

... viene

2. Equipos

Ítem	Equipo	Característica	Cantidad
1	Tubos de Nessler	Forma alta, 50 ml	-
2	Centrífuga	Dynac	1
3	Espectrofotómetro		1
4	Turbidímetro	Hellige	1
5	Conductímetro	Hanna	1
6	Potenciómetro	Hanna	1
7	Vasos de precipitación	250 ml	2

IV. Indicaciones e instrucciones

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

V. Procedimientos

1. Determinación de propiedades organolépticas

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

2. Determinación de pH

- Medir pH con un potenciómetro para obtener una medición más exacta. Calibrar el aparato previamente con una solución buffer de pH conocido.

3. Determinación de la conductividad eléctrica

- Tomar una pequeña muestra de agua y verterla en un vaso de precipitados.
- Medir la conductividad eléctrica de la muestra con un electrodo y anotar los resultados correspondientes. Calibrar previamente el conductímetro.

4. Determinación de turbidez

- Medir turbidez de una muestra de agua residual con un turbidímetro el que deberá calibrarse previamente.

5. Determinar el color aparente

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

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

Dónde: A = color estimado de una muestra diluida, B = ml de muestra tomados para la dilución. Reportar los resultados de color en cifras completas, según la tabla siguiente:

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

6. Determinar el color verdadero (método espectrofotométrico)

- Centrifugar durante 10 minutos a 40 rpm la muestra de agua para eliminar sólidos en suspensión.
- Separar el sobrenadante de la muestra y verterlo en las celdas limpias del espectrofotómetro. Limpiar cuidadosamente las celdas antes de las lecturas.
- Determinar los valores de transmitancia de la muestra, variando la longitud de onda desde 400 nm a 700 nm. Además, calibrar con un blanco de agua destilada para cada medición.
- Tabular los valores de transmitancia correspondientes a las longitudes de onda mostradas en las columnas X, Y y Z de la tabla. Totalizar cada columna de transmitancia y multiplicar los totales por los factores adecuados que figuran en la parte baja de la tabla, para obtener valores triestímulo X, Y y Z (el valor triestímulo de Y corresponde al % de luminancia).

X (λ)	% Trasmitancia	Y (λ)	% Trasmitancia	Z (λ)	% Trasmitancia
435.5		489.5		422.2	
461.2		515.2		432.0	
544.3		529.8		438.6	
564.1		541.4		444.6	
577.4		551.8		450.1	
588.7		561.9		455.9	
599.6		572.5		462.0	
610.9		584.8		468.7	
624.2		600.8		477.7	
645.9		627.3		495.2	

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

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

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

Donde:

$$f X = 0.09806$$

$$f Y = 0.10000$$

$$f Z = 0.11814$$

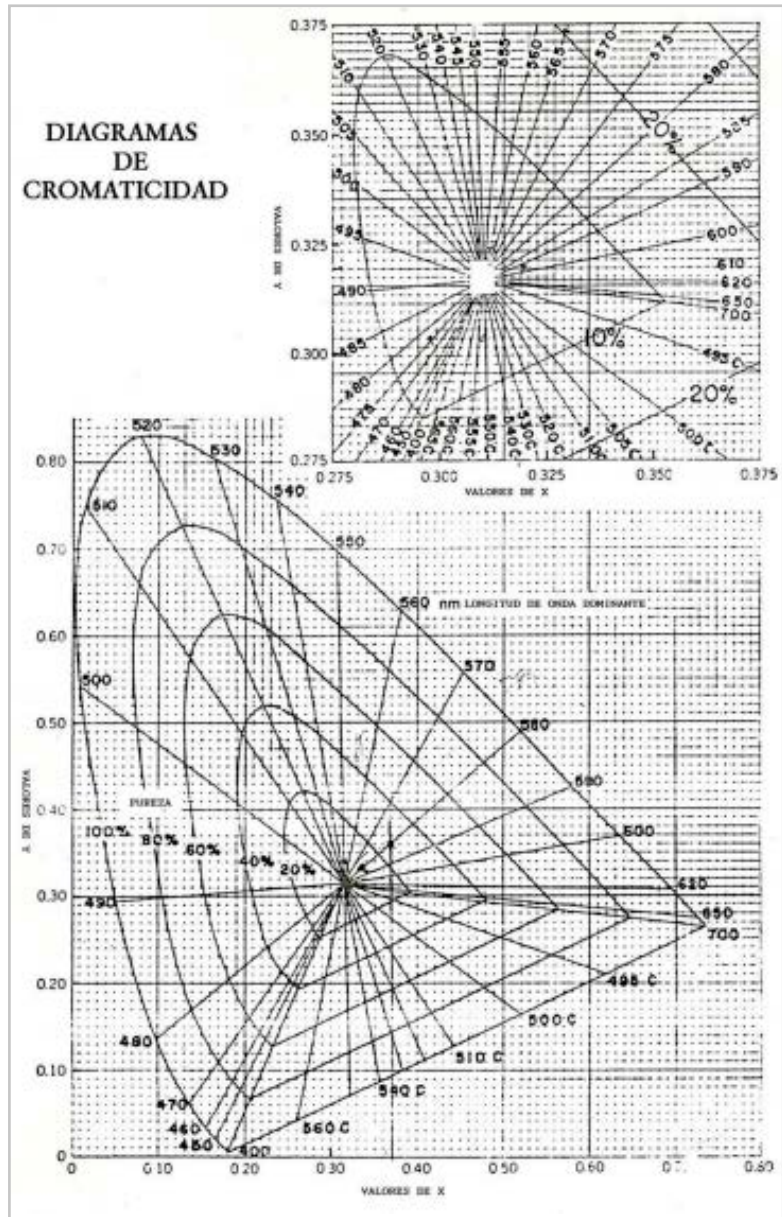
$$x = \frac{\check{X}}{\check{X} + \check{Y} + \check{Z}}$$

$$y = \frac{\check{Y}}{\check{X} + \check{Y} + \check{Z}}$$

$$z = \frac{\check{Z}}{\check{X} + \check{Y} + \check{Z}}$$



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



Determinar la tonalidad a partir del valor de longitud de onda dominante, según las márgenes de la tabla siguiente:

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

VI. Resultados

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

Parámetros físicos						
Equipo	pH	Color aparente UC	Color verdadero	Turbidez (NTU)	Conductividad (µS/cm)	Norma Oficial que Aplica

VII. Conclusiones

- 1 _____
- 2 _____
- 3 _____

VIII. Recomendaciones



Clasificación de sólidos

Sección: Fecha:/...../2022 Duración: 180 min.
Docente: Unidad: I
Apellidos y nombres:

Instrucciones

Leer detenidamente la guía de laboratorio antes de iniciar con el procedimiento práctico.

I. Objetivo

El estudiante será capaz de analizar las variables de las aguas residuales para establecer el punto de partida del tratamiento. Cuantificar la presencia de sólidos en muestras de aguas residuales. Reportar los resultados obtenidos.

II. Fundamento teórico

El término sólido hace referencia a la materia suspendida o disuelta en un medio acuoso. Una de las características físicas más importantes del agua es el contenido total de sólidos, que incluye la materia en suspensión, la materia sedimentable, la materia coloidal y la materia disuelta.

La determinación de sólidos disueltos totales mide específicamente el total de residuos sólidos filtrables (sales y residuos orgánicos). Los sólidos disueltos pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de agua o un efluente de varias formas; las aguas para el consumo humano, con un alto contenido de sólidos disueltos, son por lo general de mal agrado para el paladar y pueden inducir una reacción fisiológica adversa en el consumidor. Por ello, los análisis de sólidos disueltos son también importantes como indicadores de la efectividad de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas usadas.

La determinación de sólidos totales en muestras de agua por desecación es un método muy utilizado, algunas de sus aplicaciones son: determinación de sólidos y sus fracciones fijas y volátiles en muestras sólidas y semisólidas como sedimentos de río o lagos, lodos aislados en procesos de tratamiento de aguas limpias y residuales y aglomeraciones de lodo en filtrado al vacío, de centrifugación u otros procesos de deshidratación de lodos.

Los sólidos en suspensión son aquellos que se encuentran en el agua sin estar disueltos en ellas; pueden ser sedimentables o no, y para determinar su cantidad en forma directa es complicado, para ello se calcula matemáticamente conociendo la cantidad de sólidos no sedimentables y de sólidos en suspensión y realizando una diferencia de estas dos medidas. Mientras que los sólidos disueltos son todas las sustancias que se encuentran disueltas en el agua, no se pueden determinar de una forma directa, sino que tendremos que calcular su cantidad numéricamente restando a los sólidos totales los sólidos en suspensión.

Temperatura de secado

Se cree que los residuos secados a 103-105 °C retienen no solo el agua de cristalización, sino también el agua mecánicamente adsorbida. Hay pérdidas de CO₂ por la transformación de HCO₃ a CO₃. La pérdida de materia orgánica por volatilización es muy poca a esa temperatura. Debido a que la expulsión del agua adsorbida es marginal a 105 °C, el logro de peso constante es muy lento. Los residuos secados a 179-181 °C pierden casi toda el agua mecánicamente adsorbida, pero puede permanecer poca agua de cristalización, especialmente si hay sulfatos.

La materia orgánica es reducida por volatilización, pero no es completamente destruida. Los biocarbonatos se convierten a carbonatos y estos se descomponen parcialmente a óxidos

o sales básicas. Algunos cloruros y nitratos pueden perderse. Aguas con poco contenido de materia orgánica y contenido mineral total, y que son usadas para consumo humano, pueden ser analizadas a cualquier temperatura; aquellas con alto contenido de materia orgánica o con pH mayor a 9.0 deben secarse a una temperatura más baja. En cualquier caso, el reporte debe indicar la temperatura. La temperatura de calcinación es de $550^{\circ} \pm 50^{\circ} \text{C}$, a la cual se pierde el agua de cristalización y la materia orgánica volátil, además de la oxidación de ciertos complejos orgánicos y la descomposición de sales minerales.

Muestreo y almacenamiento

Se debe eliminar de la muestra todo el material voluminoso que flote o se aglomere en el recipiente. Se debe dispersar el aceite y la grasa que esté presente en la superficie del agua, al tomar la muestra. Es deseable utilizar botellas de vidrio duro, más aún si el agua es alcalina. Durante el almacenaje se debe evitar el contacto del oxígeno con las muestras que contengan hierro y manganeso. Analizar lo antes posible para reducir los cambios físicos y químicos.

III. Equipos

Ítem	Equipo	Característica	Cantidad
1	Cápsulas de porcelana	100 mL y de 90 cm de diámetro	6
2	Mufla eléctrica para calcinar	($500 \pm 50^{\circ} \text{C}$)	1
3	Estufa de secado	($180 \pm 2^{\circ} \text{C}$) y baño María	1
4	Desecador y agente desecante	Sílica gel	1
5	Balanza	Analítica	1
6	Crisoles	Gooch	2
7	Bomba	De vacío	1
8	Matraz	Para filtración al vacío, con tubo latera	1
9	Discos de fibra de vidrio	Para filtrar 2.1 o 2.4 cm (whatman GFC o equivalencia)	5

IV. Indicaciones e instrucciones

Fuentes de error y variabilidad

La temperatura a la que se seca el residuo incide en gran medida en los resultados, debido a que las pérdidas de peso derivadas de la volatilización de materia orgánica.

El agua ocluida, agua de cristalización y los gases a partir de la descomposición inducida por el calor, así como las ganancias producidas por la oxidación, dependen de la temperatura y tiempo de calentamiento. Los residuos secados a 103-105 °C pueden retener no solamente agua de cristalización, sino también algo de agua ocluida. Como resultado de la conversión del bicarbonato a carbonato, habrá una pérdida de CO₂. La pérdida de material orgánico por volatilización será por lo general muy ligera. Dado que la eliminación de agua ocluida es marginal a esta temperatura, la obtención de peso contante puede ser muy baja.

Los residuos secados a 180 ± 2 °C perderán casi toda el agua ocluida. Puede permanecer un poco de agua de cristalización, especialmente cuando hay sulfatos. La materia orgánica puede desaparecer por completo. La conversión de bicarbonatos en carbonatos produce pérdida de CO₂, y los carbonatos pueden descomponerse parcialmente en óxidos o sales básicas. Pueden perderse algunos cloruros y sales nitradas.

En general, la evaporación y el secado de muestras de agua a 180 °C proporcionan valores sobre sólidos disueltos que están más próximos a los obtenidos mediante suma de las especies minerales determinadas individualmente que a los sólidos disueltos, logrados mediante secado a la temperatura más baja. Los resultados para residuos ricos en grasas y aceites pueden ser cuestionables debido a la dificultad que supone el secado a peso constante en un tiempo razonable.



V. Procedimientos

Sólidos totales

Principio. El método consiste en colocar la muestra en un crisol (cápsula de porcelana), previamente secada y tarada, evaporarla y secarla a 103-105 °C. El aumento en peso del crisol presentará a los sólidos totales.

Interferencias. Ocasionarán resultados no reproducibles la presencia de partículas grandes. Material flotante, precipitados o muestras no homogéneas. También afectará la presencia de películas de grasa en la superficie.

Cuando la muestra tiene pH inferior a 4.3 se recomienda ajustarlo a ese valor agregando NaOH. El peso de NaOH adicionado se sustrae del peso del residuo.

Preparación de la cápsula

- a. Calcinar la cápsula de porcelana en una mufla por una hora y a una temperatura de 550 +/- 50 °C.
- b. Enfriar y pesar (se enfría primero al aire y finalmente en un desecador para completar el enfriamiento en una atmósfera seca). Almacénala en desecador hasta el momento de usarla.

Tratamiento a la muestra

- a. Medir 100 mL de muestra en una probeta graduada y transferirlos a la cápsula preparada (el tamaño de la muestra se puede estimar el valor de la conductividad y debe ser tal que nos dé un residuo entre 2.5 y 200 mg).

NOTA: Sólidos disueltos (mg/lit) = $\text{conductividad} \frac{\text{micromhos}}{\text{cm}} (0.55 _ a _ 0.9)$

- b. Evaporar la muestra a sequedad; primero en baño maría hasta que se consuma todo el líquido y luego en la estufa a 103-105 °C al menos por una hora.

Nota: Si se utiliza un horno eléctrico, se baja la temperatura a 98 °C para prevenir la ebullición.

- c. Secar la cápsula en un desecador (una hora es usualmente suficiente).
- d. Pesar la cápsula con el residuo
- e. Repetir el ciclo de secado a 103-105 °C, enfriar y pesar la cápsula hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor del 4 % (o 0.5 mg) del peso anterior.

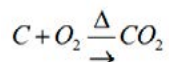
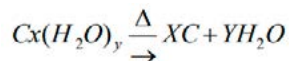
$$\text{Sólidos Totales } \frac{\text{mg}}{\text{lt}} = \frac{(B - A) \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde, B = peso de la cápsula más el peso del residuo, mg
 A = peso de la cápsula, mg

Sólidos totales volátiles y fijos

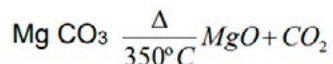
Principio

La prueba consiste en un procedimiento de combustión en el cual la materia orgánica es convertida a CO₂ y H₂O. La pérdida de peso se interpreta en términos de materia orgánica, pues la temperatura se controla para prevenir la descomposición y volatilización de sustancias inorgánicas. La muestra se somete a calcinación a 500 °C aproximadamente. A temperaturas relativamente menores la materia orgánica, particularmente los residuos de carbón que resultan de la pirolisis de carbohidratos se oxidan a una velocidad razonable.

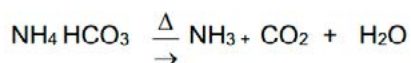


Por consiguiente, a 550 °C se reduce la descomposición de las sales inorgánicas. Cualquier compuesto de amonio no liberado durante el secado se volatiliza, pero la mayoría de otras sales

inorgánicas son relativamente estables, con excepción del carbonato de magnesio:



En la determinación del contenido volátil de sólidos suspendidos (no filtrables), las sales inorgánicas disueltas no se consideran, debido a que son eliminadas durante el proceso de filtración. Cuando se analizan lodos, los compuestos de amonio, principalmente como carbonato de amonio, se volatizan completamente durante los procedimientos de evaporación y secado y no están presentes para interferir en la determinación de sólidos volátiles:



Existen otras sales inorgánicas en los lodos que son inestables, sin embargo, su presencia es tan pequeña que se ignora su influencia. El control de la temperatura es importante; el CaCO_3 se descompone a temperaturas superiores a 825°C , como es una de las principales sales inorgánicas de las muestras que se someten a estos análisis su pérdida en la calcinación ocasionaría errores serios. Si las calcinaciones se efectúan adecuadamente, la pérdida de peso sería una medida razonable de la materia orgánica, y el residuo remanente o ceniza, de los sólidos fijos.

Procedimiento

- a. Determine los sólidos totales
- b. Calcinar el residuo del análisis de sólidos totales. Para ello se introduce la cápsula en la mufla a $550^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ hasta obtener un peso constante, el cual se obtiene cuando la diferencia entre dos pesadas sucesivas es del 4 % o menos (se ha encontrado que los residuos de efluentes y

aguas residuales usualmente alcanzan su peso constante después de 15 a 20 minutos de calcinación).

- c. Dejar enfriar la cápsula en el aire hasta que casi todo el calor haya sido disipado y colocarla dentro de un desecador durante una hora para que termine de secarse en una atmósfera seca. (No se debe sobrecargar el secador).
- d. Pesar la cápsula.

Cálculos

Reportar la pérdida de peso en la calcinación como sólidos volátiles y el remanente como sólidos fijos:

$$\text{Sólidos Volátiles} \quad \frac{\text{mg}}{\text{lt}} = \frac{(B - C) \times 1000}{\text{mL_de_muestra}}$$

$$\text{Sólidos Fijos} \quad \frac{\text{mg}}{\text{lt}} = \frac{(C - A) \times 1000}{\text{mL_de_muestra}}$$

Donde

A = peso de la cápsula mg

B = peso de los residuos sólidos más peso de la cápsula

Antes de la calcinación, mg C = peso de los residuos sólidos más peso de la cápsula

Sólidos suspendidos (no filtrantes)

Principio

Los sólidos suspendidos están constituidos por la materia suspendida que permanece sobre un filtro de fibra, cuando filtramos una muestra de agua residual previamente agitada. La determinación está sujeta a errores considerables si no se toman las precauciones adecuadas; un exceso podría ocluir los poros del filtro.

El peso de los sólidos removidos raras veces excede 20 mg, y a menudo es menor a 10 mg, errores pequeños en la pesada

o pérdida del borde del filtro pueden ser bastante significativos. Es muy importante que los crisoles Gooch estén cuidadosamente preparados y llevados a peso constante antes de usarse. Para obtener mayor exactitud en la determinación, es necesario filtrar una mayor cantidad en aguas tratadas biológica o ligeramente contaminadas; a menudo se requiere filtrar 500 ml. De muestra para producir un aumento de peso de 10 ml de sólidos.

Procedimiento

- a. Colocar un disco de fibra de vidrio para filtrar en un crisol Gooch, con la superficie rugosa hacia arriba, teniendo cuidado que el disco se coloque en el fondo y cubra completamente las perforaciones. Colocar el crisol con el filtro en un aparato de filtración y aplicar el vacío.
- b. Con el vacío aplicado, lavar el disco con tres porciones de 20 mL de agua destilada, después que el agua se ha filtrado desconectar el vacío.
- c. Colocar el crisol con el filtro en una estufa a 103 °C por una hora.
- d. Dejar enfriar el crisol en un desecador
- e. Una vez que el crisol ha alcanzado la temperatura ambiente, se saca y se pesa.
- f. Repetir el ciclo hasta obtener un peso constante.

Tratamiento de la muestra

- a. Excepto para las muestras que contienen una concentración muy elevada de sólidos suspendidos o para filtros muy lentos, seleccionar un volumen de muestra que sea igual a 14 mL o más por cm² de área del filtro (escoger un volumen de muestra de tal forma que no obtenga más de 200 mg de sólidos suspendidos).

- b. Colocar el crisol con el disco en el aparato de filtración, con el vacío aplicado, humedecer el disco con agua destilada para colocarlo contra el crisol Gooch.
- c. Medir el volumen seleccionado de muestra bien mezclada con una pipeta volumétrica, matraz volumétrico o probeta. Filtrar la muestra a través del disco, usando succión. Dejando la succión, lavar el filtro tres veces con porciones de 10 mL, de agua destilada, permitiendo un drenado completo entre los lavados.
- d. Interrumpir la succión, remover el crisol Gooch y secarlo en una estufa a 103-105 °C por una hora (30 minutos en un horno de convección mecánica).
- e. Enfriar el crisol con el filtro en un desecador hasta que alcance la temperatura ambiente. e. Pasar el crisol y el filtro en una balanza analítica.
- f. Repetir el ciclo de secado hasta obtener un peso constante, el cual "se obtiene" cuando la pérdida de peso entre dos pesadas sucesivas es menos del 4 % 0.5 mg.

Nota: El residuo así obtenido en el crisol Gooch puede usarse para determinar las fracciones fija y volátil de los sólidos suspendidos.

Cálculo

$$\text{Sólidos suspendidos} \frac{mg}{lt} = \frac{(D - F) \times 1000}{mL_de_muestra}$$

Donde: D = peso del crisol con el filtro más el peso de los sólidos retenidos (mg)

E = peso del crisol con el filtro (mg)

Sólidos suspendidos volátiles y fijos

Principio

Partir del residuo obtenido en la determinación de los sólidos suspendidos y calcinarlos a 550 °C. La diferencia entre los

pesos antes y después de la calcinación representa la fracción volátil de los sólidos suspendidos. Además, la diferencia entre los sólidos suspendidos y su fracción volátil representa la fracción fija de los sólidos suspendidos.

Procedimiento

- Calcinar el crisol Gooch con el disco y los sólidos suspendidos por 15 minutos a 550 °C.
- Enfriar el crisol parcialmente en el aire hasta que casi todo el calor haya sido disipado y completar el enfriamiento en un desecador.
- Después que se haya secado hasta la temperatura ambiente pesar el crisol, inmediatamente en una balanza analítica.

Cálculos

$$\text{Sólidos suspendidos volátiles} \frac{\text{mg}}{\text{lt}} = \frac{(D - F) \times 1000}{\text{mL}_{\text{ de muestra}}}$$

Donde, D = peso del crisol con el filtro más el peso de los sólidos antes de calcinarse (mg), F = peso del crisol con el filtro más el peso de los sólidos después de calcinarse.

La diferencia entre los sólidos suspendidos y los sólidos suspendidos volátiles nos da la cantidad de los sólidos suspendidos fijos.

Sólidos disueltos (filtrantes)

Principio

Los sólidos disueltos pueden obtenerse, además de usar las medidas de conductividad específica, por diferencia entre los sólidos totales y los sólidos suspendidos totales o por evaporación y posterior secado a 103 °C -105 °C o 179-181 °C de una muestra filtrada (lo que pasa el filtro), siguiendo la misma técnica que en la determinación de sólidos totales.

Sólidos disueltos volátiles y fijos

Principio

La prueba consiste en someter una muestra filtrada (lo que pasa el filtro) al procedimiento utilizado en la determinación de sólidos totales volátiles y fijos.

Sólidos sedimentales

Principio

La materia que sedimenta en aguas de superficie y en aguas salinas como también en desechos líquidos domésticos e industriales, puede ser determinada y reportada en volumen (mL/l) o en peso (mg/l).

Procedimiento

Por volumen:

- a. Agitar la muestra y vierta 1.0 lt, de esta en un cono Imhoff.
- b. Sedimentar por 45 minutos.
- c. Agitar suavemente el líquido contenido en el cono con un agitador o mediante una rotación del cono, para que se desprendan y sedimenten los sólidos de la pared del recipiente.
- d. Dejar sedimentar durante 15 minutos más.
- e. Registrar la cantidad de sólidos sedimentados en mL/l, leyendo directamente en el cono. La lectura se hace tomando como referencia la línea de separación entre el material flotante y el no flotante, es decir, el material flotante no se estima como sedimentable.

Por peso:

- a. Determinar los sólidos suspendidos de una muestra bien mezclada.
- b. Verter la muestra bien mezclada a un recipiente de vidrio de no menos de 9 cm, de diámetro. Usar un

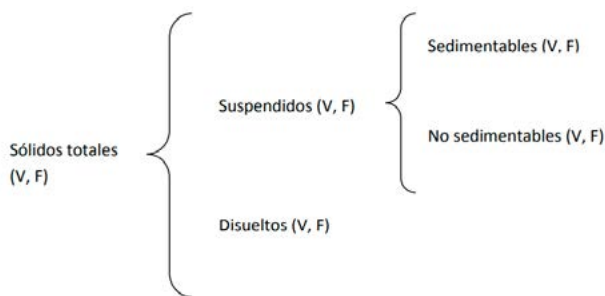
volumen de muestra no inferior a 1.0 l, y suficiente para dar una profundidad de 20 cm. Alternativamente use recipientes de vidrio de mayor diámetro y mayores volúmenes de muestra.

- c. Dejar reposar por una hora, al cabo de la cual se sifonean 250 mL, sin perturbar el material sedimentado o flotante. El sifoneo se practica desde un punto equidistante entre la superficie del líquido y la superficie del material sedimentado.
- d. Determinar los sólidos suspendidos (103 °C) de este licor sobrenadante. Esta es la cantidad de sólidos no sedimentables.

Cálculos

Sólidos sedimentables (mg/lit) = sólidos suspendidos (mg/lit)-sólidos no sedimentables mg/lit).

Categoría de sólidos



Donde: V= Volátiles y F= Fijos

VI. Resultados

Sólidos sedimentables			
Tipo de muestra		Tiempo de reposo	Volumen (ml/L)

Sólidos totales					
Muestra	1	2	3	4	5
V (ml)					
B (mg)					
A (mg)					
B - A (mg)					

Sólidos en suspensión					
Muestra	1	2	3	4	5
V (ml)					
B (mg)					
A (mg)					
B - A (mg)					

Sólidos volátiles					
Muestra	1	2	3	4	5
V (ml)					
B (mg)					
A (mg)					
B - A (mg)					

VII. Conclusiones

- 1 _____
- 2 _____
- 3 _____

VIII. Recomendaciones



Determinación de los parámetros químicos del agua residual

Sección: Fecha:/...../2022 Duración: 180 min.
Docente: Unidad: I
Apellidos y nombres:

Instrucciones

Leer detenidamente la guía de laboratorio antes de iniciar con el procedimiento práctico.

Primera parte DBO

I. Objetivo

El estudiante será capaz de determinar la demanda bioquímica de oxígeno (DBO) de cinco días de las muestras de agua residual mediante la medición de la tasa de captación de oxígeno disuelto por oxidación bioquímica de la materia orgánica. También determinará el contenido de los materiales en aguas residuales, susceptibles a ser oxidados químicamente, a través de la DQO por el método de reflujo cerrado.

El estudiante, al final de la práctica de laboratorio, analizará la relación entre la DBO y DQO para establecer la naturaleza de los contaminantes orgánicos existentes en el agua.

II. Fundamento teórico

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

M. O. + Materia orgánica + O₂ ⇒ Más M. O. + CO₂ + H₂O + materia orgánica residual

M. O. = microorganismos

El método consiste en llenar con la muestra hasta rebosar los frascos Winkler e incubar. El oxígeno disuelto se mide antes y después de la incubación a la temperatura establecida durante cinco días. La DBO₅ se calcula mediante la diferencia entre el OD inicial y final. Las diluciones que dan lugar a un OD residual de al menos 2 mg/l después de cinco días de incubación producen los resultados más fiables.

La dilución se realiza con agua suplementada con todos los minerales inorgánicos para el crecimiento microbiano y regulada a un valor fisiológico de pH. Se suministra oxígeno saturando el agua de dilución con aire. Los microorganismos se incorporan inoculando el agua de dilución con el contaminante apropiado (casi siempre aguas negras, aguas negras tratadas, o en algunos casos microorganismos aclimatados al sustrato de interés en particular). En aguas superficiales, la descomposición de la materia orgánica tiende a usar oxígeno disuelto y formar bióxido de carbono. Esta demanda bioquímica de oxígeno, según como la define la American Public Health Association, es como sigue: "el oxígeno expresado en ppm requerido durante la estabilización de materia orgánica capaz de descomponerse por acción bacteriana aeróbica".

La demanda bioquímica del oxígeno es una prueba de gran valor en el análisis de los efluentes de aguas negras o muy contaminadas. En los procesos naturales de purificación de ríos y corrientes, las aguas negras y otras sustancias orgánicas se oxidan debido a la acción bacteriana, utilizando el oxígeno disuelto del agua.

Así, las aguas negras que penetran en una corriente eliminan el oxígeno disuelto, y cuando la contaminación es excesiva, dará como resultado la destrucción de la vida vegetal y animal. La DBO es la única prueba que indica directamente la cantidad de oxígeno que consumirán los procesos naturales para estabilizar la materia orgánica.



III. Equipos, materiales y reactivos para la DBO

1. Equipos y materiales

Ítem	Equipo y material	Característica	Cantidad
1	Frascos	Winkler de 300 ml	3
2	Pipetas volumétricas de	Volumen requerido para muestra	3
3	Soporte universal	Con pinza y nuez	1
4	Estufa.		1
5	Bureta	50 ml	1
6	Matraz Erlenmeyer	125 ml	1
7	Pipetas graduadas	2 ml	2
8	Probeta	100 ml	1
9	Vaso de precipitados	50 ml	1

2. Reactivos

Ítem	Reactivo	Característica	Cantidad
1	Solución de $MnSO_4 \cdot 2H_2O$	al 40 %	Lo requerido para las pruebas
2	Solución de almidón	al 0.5 %	Lo requerido para las pruebas
3	Solución amortiguadora de fosfato de amonio	de pH 7.2	Lo requerido para las pruebas
4	Solución de $Na_2S_2O_3$	0.025 N	Lo requerido para las pruebas
5	Solución de $CaCl_2$	al 2.75 %	Lo requerido para las pruebas
6	Solución de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$	al 2.25 %	Lo requerido para las pruebas
7	Solución de $FeCl_3$	al 0.025 %	Lo requerido para las pruebas
8	Ácido sulfúrico concentrado		Lo requerido para las pruebas
9	Agua destilada		Lo requerido para las pruebas

IV. Indicaciones e instrucciones

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

V. Procedimientos

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

Tipo de agua	Oxígeno disuelto	Dilución
Aguas industriales fuertes	O.D = 0	0.0 – 1%
Aguas residuales depuradas y brutas	1 < O.D < 3	1 – 5 %
Efluente tratado biológicamente	3 < O.D < 5	5 – 25 %
Aguas fluviales contaminadas	O.D > 7	25 – 100 %

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

Cálculos

Muestra que reduce a 1/2 el OD del blanco de cinco días.

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

VI. Resultados

Muestra	OD inicial (mg O ₂ /L)	OD día 5 (mg O ₂ /L)	DBO5 (mg O ₂ /L)	Límite máximo permisible	Normal oficial que aplica

VII. Conclusiones

- 1 _____
- 2 _____
- 3 _____

VIII. Recomendaciones



Segunda parte DQO

I. Fundamento teórico

Tanto la actividad natural como la humana contribuyen a la contaminación orgánica de aguas naturales. De la actividad agrícola, resultan residuos de herbicidas y pesticidas; la concentración de estos compuestos orgánicos en el agua no es constante, sino variable por múltiples causas, y obliga a ajustes permanentes en las plantas de tratamiento.

El uso de tratamientos biológicos para la eliminación de la materia orgánica implica el uso de parámetros menos específicos que aquellos que miden radicales químicos y que, sin embargo, permiten el control de las unidades de tratamiento.

La demanda química de oxígeno (DQO) proporciona la medida del oxígeno que es equivalente a la proporción de la muestra orgánica presente en una muestra de agua capaz de oxidarse por procedimientos químicos oxidantes fuertes. Esta prueba se basa en la oxidación en condiciones químicas severas en donde el oxidante utilizado (ion dicromato $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$) para oxidar la materia orgánica en la muestra se expresa como equivalente de oxígeno.

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

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

II. Equipos, materiales y reactivos para la DQO

1. Equipos y materiales

Ítem	Equipo y material	Característica	Cantidad
1	Tubo de digestión de borosilicato de 10 ml.	Con tapones de rosca	1

continúa...

... viene

2	Pipeta de émbolo	1-5 ml	1
3	Soporte	Para tubos de digestión	1
4	Termorreactor	-	1
5	Espectrofotómetro	-	1
6	Celdas	-	2
7	Puntas y émbolos	-	-

2. Reactivos

Ítem	Reactivo	Característica	Cantidad
1	Solución catalítica	De H ₂ SO ₄ concentrado	Se determina según la práctica de laboratorio
2	Solución de digestión de K ₂ Cr ₂ O ₇	0.035 M	Se determina según la práctica de laboratorio
3	Agua destilada	-	Se determina según la práctica de laboratorio
4	Agua residual	-	Se determina según la práctica de laboratorio

III. Indicaciones e instrucciones.

Conceptos por revisar:

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

IV. Procedimientos

Las sustancias orgánicas e inorgánicas presentes en la muestra se oxidan con una solución sulfúrica caliente de dicromato potásico (K₂Cr₂O₇) y sulfato de plata (AgSO₄) como catali-

zador. Los cloruros son enmascarados con sulfato de mercurio (HgSO₄). A continuación, se determina fotométricamente la concentración de los iones Cr₂O₇⁻² amarillos no consumidos o los iones Cr⁺³ verdes.

Método de reflujo cerrado

1. En un tubo de digestión (exento de impurezas) poner 1.5 ml de muestra problema (previamente homogeneizada). Preparar un blanco de reactivos con agua destilada.
2. Agregar 2 ml de solución de digestión y verter cuidadosamente por la pared interna del tubo inclinado 3 ml de solución catalítica. Cerrar y apretar bien el tapón de los tubos.
3. Mézclase por completo invirtiendo varias veces los tubos de digestión, antes de aplicar calor para evitar el calentamiento local del fondo del tubo y una posible reacción explosiva. Digerir por 1^{1/2} h en un termorreactor, precalentado a 150 °C.
4. Sacar los tubos del termorreactor y colocarlos en el soporte para tubos de digestión para que se enfríen. Al cabo de 10 minutos, agitar la cubeta por balanceo para enfriar a temperatura ambiente (tiempo de enfriamiento mínimo 30 minutos).
5. Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 604 nm.

Cálculos

	Curva de DQO	
	Absorbancia	Concentración mg/L
	0.006	50
Realizar la gráfica:	0.017	80
Y = mx + b	0.024	120
A = mC + b	0.029	150
	0.037	190
	0.044	250
	0.068	330
	0.094	500
	0.19	1000

V. Resultados

1. Obtener la gráfica de la curva tipo graficando A versus concentración de O₂ en mg/L.
2. Con los datos de cada muestra, calcular la DQO en miligramos por litro (mg/L) directamente con la ecuación:

$$A = mC + b$$

Donde

A = absorbancia leída a 604 nm

m = pendiente de la curva tipo

C = concentración

b = ordenada al origen

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

Muestra	DQO mg O ₂ /L (experimental)	DQO mg O ₂ /L (reportado en la norma)

VI. Conclusiones

1. _____
2. _____
3. _____

VII. Recomendaciones

Semana 4

Muestreo de los cuerpos hídricos superficiales y efluentes de aguas residuales

Sección: Fecha:/...../2022 Duración: 180 min.

Docente: Unidad: I

Apellidos y nombres:

Instrucciones

Leer detenidamente la guía de laboratorio antes de iniciar con el procedimiento práctico.

I. Objetivo

El estudiante será capaz de realizar la toma de muestras de aguas residuales industriales (ARI) o domésticas (ARD) para análisis en el laboratorio.

II. Fundamento teórico

Se toman muestras para hacer el análisis de la calidad del agua, con el objetivo que se tenga conocimiento del funcionamiento y la eficiencia de la planta de Tratamiento de Aguas Residuales (PTAR) o para conocer la calidad del agua de una fuente hídrica superficial.

Tomar una muestra no es tan fácil como parece. Además, puede tener sus implicancias en las actividades posteriores que son la preparación y los análisis, es decir que los efectos de los errores durante el muestreo pueden ser más graves que los errores cometidos durante los análisis de las muestras o en la preparación de estas.

Para evitar errores, es fundamental que las personas que tomen las muestras tengan conocimiento sobre el proceso del muestreo. Esta guía muestra el procedimiento para sacar correctamente una muestra.

III. Fundamento teórico

La siguiente es una lista general de los implementos requeridos en el momento del muestreo:

- Geoposicionador (si se tiene).
- Altimetro (si se tiene).
- Equipos portátiles para mediciones de temperatura, pH y conductividad eléctrica.
- Muestreador (botella Van Dorn, Kemmerer o balde).
- Baldes plásticos de 10 L de capacidad, con llave, para la composición de muestras y medición de caudal cuando se requiera.
- Tubo plástico para homogenización de la muestra compuesta.
- Probeta plástica graduada de 1000 mL.
- Cronómetro.
- Neveras de icopor o poliuretano con suficientes bolsas de hielo para mantener una temperatura cercana a 4 °C.
- Frasco lavador.
- Toalla de papel absorbente.
- Cinta pegante y de enmascarar.
- Bolsa pequeña para basura.
- Esfero (bolígrafo) y marcador de tinta indeleble.
- Tabla portapapeles.
- Guantes.
- Papel aluminio (cuando se requiera).
- Cono imhoff para análisis de sólidos sedimentables (cuando se requiera).
- Agua destilada. En su defecto utilizar agua embotellada o de bolsa.
- Preservantes para muestras: Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), Ácido nítrico (HNO_3), Hidróxido de sodio ($NaOH$) 6N, Acetato de Zinc 6N, Ácido clorhídrico concentrado (HCl) u otro cuando se requiera. ↔

- Recipientes plásticos y de vidrio. Varía según requerimientos de análisis.
- Formato de captura de datos en campo.
- Bolsa plástica para guardar los formatos.
- Instructivos de calibración del pH metro y conductímetro, instructivo de muestreo de aguas superficiales.
- Cuerda de nylon de 0.5 a 1 cm de diámetro de longitud suficiente para manipular los baldes en las cajas de inspección. ↔
- Papel indicador universal, para verificación de pH de preservación.
- Barretón de hierro para levantar tapas de cajas de inspección.
- Documentos de identificación personal.
- Overol o ropa de trabajo cómoda y que le brinde protección adecuada.
- Gafas de seguridad.
- Máscara respiradora con filtros para ácidos y vapores orgánicos.
- Impermeable.
- Botas de caucho.

IV. Indicaciones e instrucciones

Las actividades descritas a continuación deben ser realizadas por el estudiante debidamente capacitado y avalado por el docente de la asignatura, dándole énfasis a la operación de sensores de campo y con conocimientos básicos en química.

V. Procedimientos

1. Organice las botellas rotuladas, los reactivos, formatos e insumos para las unidades productivas que va a visitar.
2. Cuando llegue al punto de muestreo, identifíquese y solicite la colaboración necesaria para efectuar el muestreo y saque todo el material correspondiente al sitio. Diligencie el formato de captura de datos con la información de

ubicación temporo-espacial (fecha, hora), observaciones de los contadores de agua y energía (si aplica), suministro de servicios, etc.

Con ayuda del geoposicionador y del altímetro determine la latitud, longitud y altitud del sitio exacto de vertimiento y regístrelos en el formato de captura de datos, en el numeral correspondiente. Si la unidad productiva tiene más de dos puntos de vertimiento, deberá georreferenciar cada uno de ellos.

3. Escriba con letra legible y con esfero el nombre del responsable del muestreo.
4. Calibre el pH metro y conductímetro siguiendo los procedimientos necesarios.
5. Mida el caudal del efluente preferiblemente por el método volumétrico manual, empleando el cronómetro y uno de los baldes aforados. Purgue el balde.
6. Coloque el balde bajo la descarga de tal manera que reciba todo el flujo; simultáneamente active el cronómetro. Tome un volumen de muestra entre 1 y 10 L, dependiendo de la velocidad de llenado, y mida el tiempo transcurrido desde el inicio hasta la finalización de la recolección de la descarga; siendo Q el caudal (en litros por segundo, L/s), V el volumen (en litros, L), y t el tiempo (en segundos, s), el caudal se calcula como $Q = V / t$, para ese instante de tiempo.
7. Repita el proceso cuantas veces sea necesario para obtener una muestra compuesta en el periodo de tiempo establecido.
8. Para cada alícuota recogida mida los sólidos sedimentables. Llene el cono Imhoff a la marca de 1 L con una muestra bien mezclada. Deje sedimentar durante 45 minutos, agitar suavemente la muestra cerca de las paredes del cono con una varilla o por agitación, dejar reposar durante 15 minutos, leer y registrar el volumen de sólidos sedimentables en el formato como mililitros por litro. Si el material sedimentado contiene bolsas de líquido contenido entre las partículas grandes sedimentadas, estimar el volumen de estas y restarlo del volumen de sólidos sedimentables.

El límite práctico inferior de medición depende de la composición de la muestra y generalmente se encuentra en el rango de 0,1 a 1,0 ml/l.

Donde exista una separación entre el material sedimentable y el flotante, no estimar el material flotante como materia sedimentable. Usualmente no se requiere de réplicas.

9. Mida los parámetros de campo, Introduzca los electrodos del pH metro y conductímetro. Oprima la tecla MODE. Espere a que los valores en las pantallas de los equipos se estabilicen (el valor deja de titilar). Oprima la tecla READ. Cuando se establezca la medición, registre los datos de pH, temperatura y conductividad eléctrica.
10. Lave los electrodos con abundante agua ya que los valores extremos que pueden presentar los efluentes industriales los deterioran más rápidamente.
11. Componga una muestra desde 1 a 24 horas, según se haya establecido en el plan de muestreo.
12. Obtenga la muestra compuesta mezclando en un balde con llave los volúmenes de cada porción necesarios según la siguiente fórmula:

$$V_i = \frac{V \times Q_i}{n \times Q_p}$$

Donde: V_i = volumen de cada alicuota o porción de muestra.

V = volumen total a componer (pueden ser 10 L).

Q_i = caudal instantáneo de cada muestra

Q_p = caudal promedio durante el muestreo

n = número de muestras tomadas.

13. Una vez mezclados los volúmenes, homogenice el contenido del balde por agitación con un tubo plástico limpio y proceda al llenado de los recipientes.
14. Registre en el formato de captura de datos en campo todas las observaciones a que haya lugar durante el muestreo y la integración de la muestra.



15. Etiquete las botellas antes del llenado. Los rótulos cuentan con la información de los analitos y la preservación respectiva. Diligencie el nombre de la empresa o punto de vertimiento, fecha y responsable del muestreo.
16. Cubra el rótulo con una cinta adhesiva transparente para evitar su deterioro.
17. Tan pronto se ejecuta el muestreo, purgue todas las botellas con muestra y proceda a llenarlas, mientras homogeniza el contenido del balde por agitación constante con el tubo plástico. (No agite directamente con la mano ni por rotación del balde).
18. Evite la inclusión de objetos flotantes y/o sumergidos. Extraiga la muestra del balde a través de la llave, nunca sumerja las botellas.
19. Tome la muestra para análisis de coliformes, aceites y grasas (cuando aplique) ubicando directamente la botella bajo el flujo del efluente, hasta completar el volumen necesario sin dejarla rebosar. Si se trata de un canal abierto, sumerja la botella y sáquela rápidamente, sin dejarla rebosar. Si es evidente una capa de grasa flotante, deje constancia de tal situación en el formato de captura de datos
20. Tome la muestra para análisis de sulfuros adicionando a la botella purgada el preservante (acetato de Zinc) y después de llenarla hasta cerca de la boca del recipiente, adicione el NaOH a $\text{pH} > 13$ y continúe hasta el llenado total sin dejar espacio de cabeza entre el nivel de líquido y la tapa.
21. Preserve las muestras dependiendo del parámetro a analizar, según se relaciona en la tabla 1. Use un frasco gotero y añada cerca de $1 \text{ mL} = 20$ gotas del preservante adecuado por cada 500 mL de muestra.
Nota: En caso de muestras de lixiviados, agregue el preservante a las botellas antes de llenarlas con muestra.
22. Tape cada botella y agítela.
23. Coloque las botellas dentro de la nevera y agregue hielo suficiente para refrigerar
24. Enjuague con agua destilada los baldes y todos los elementos utilizados en el muestreo.

25. Coloque las botellas de un mismo sitio de muestreo dentro de la nevera en posición vertical y agregue hielo suficiente para refrigerar

26. Termine de diligenciar el formato de muestreo y envíelo junto con las muestras al laboratorio, preferiblemente el mismo día del muestreo.

Requerimientos para la conservación y el almacenamiento de muestras de agua:

Parámetro a analizar	Conservación	Máximo almacenamiento Recomendado/Regulatorio
Alcalinidad total	Refrigeración	24h/14d
Cloruros	No requiere	28d
Color	Refrigeración	48h/48h
Cianuro total	Adicionar NaOH a pH > 12, refrigerar en oscuridad	24h/14d; 24 h si hay sulfuro presente
Dureza	Adicionar HNO ₃ a pH < 2	6 meses/6 meses
Aceites y grasas	Adicionar HCl a pH < 2.0, refrigerar	28d/28d
DBO	Refrigeración	6h/48h
DQO	Analizar tan pronto sea posible, o adicional H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar	7d/28d
Conductibilidad eléctrica	Refrigeración	28 d/28 d
Metales en general	Para metales disueltos	6 meses/6 meses
Cromo VI	Refrigerar	24h/24h
Mercurio	Adicionar HNO ₃ a pH < 2, refrigerar	28 d/28 d
Amonio	Analizar tan pronto como sea posible o adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2, refrigerar	7 d/28 d
Nitrato	Analizar tan pronto como sea posible ó refrigerar	48 h/48 h
Nitrato + Nitrito	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar	1-2d/28d
Nitrito	Analizar tan pronto como sea posible ó refrigerar	Ninguno/48 h
Nitrógeno orgánico, Kjeldahl	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar	7 d/28 d
Fenoles	Refrigerar, adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0	Preferiblemente refrigerar durante el almacenamiento y analizar tan pronto sea posible /28 d después de la extracción
Grasas y aceites	Adicionar HCl ó H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar	28 d/28 d
Oxígeno disuelto, electrodo	Analizar inmediatamente	0.25 h / 0.25 h
Oxígeno disuelto, winkler	Analizar inmediatamente, puede retrasarse la titulación después de la acidificación	8 h/8h

Parámetro a analizar	Conservación	Máximo almacenamiento Recomendado/Regulatorio
pH	Analizar inmediatamente	0.25 h/0.25 h
PO ₄	Para fósforo disuelto filtrar inmediatamente; refrigerar	48 h/
Fósforo total	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar	28 d
Salinidad	Analizar inmediatamente	6 meses
Sólidos	Refrigeración	7 d / 2-7 d
Sulfatos	Refrigeración	28 d / 28 d
Sulfuros	Refrigerar, adicionar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100 mL muestra; adicionar NaOH a pH > 9.0	28d/7d
Temperatura	Analizar inmediatamente	0.25 h/ 0.25 h
Turbidez	Analizar el mismo día, guardar en oscuridad hasta 24 horas; refrigerar	24 h/48 h

Información adicional

Aforo de caudales

Una vez inspeccionado el sitio donde se realizará el monitoreo, se determina el método para realizar el aforo, que depende de si el vertimiento se presenta a través de una tubería o de un canal abierto. Entre las posibilidades para realizar el aforo están las siguientes: método volumétrico, vertedero, flotadores, molinete o micromolinete.

Método volumétrico mediante balde o caneca

Este método se aplica para tubería o canal abierto, cuando el vertimiento presenta una caída de agua en la cual se pueda interponer un recipiente; se requiere un cronómetro y un recipiente aforado (balde de 10 o 20 litros con graduaciones de 1 L, o caneca de 55 galones con graduaciones de 1 a 5 galones). Se utiliza un balde para caudales bajos o una caneca cuando se deban manejar grandes caudales.

El recipiente se purga dos o tres veces con porciones de aproximadamente 1L (para el balde) o 10 L (para la caneca) del efluente, que se desechan. Luego se coloca el recipiente bajo la descarga de tal manera que reciba todo el flujo; de manera simultánea se activa el cronómetro. Se debe tener un especial cuidado en el momento de la toma de muestra y la medición del tiempo, ya que es un proceso simultáneo donde el tiempo comienza a to-

marse en el preciso instante que el recipiente se introduce a la descarga y se detiene en el momento en que se retira de ella.

Se toma un volumen de muestra cualquiera dependiendo de la velocidad de llenado y se mide el tiempo transcurrido desde que se introduce a la descarga hasta que se retira de ella; siendo Q el caudal (en litros por segundo, L/s), V el volumen (en litros, L), y t el tiempo (en segundos, s), el caudal se calcula como $Q = V / t$, para ese instante de tiempo. Este método tiene la ventaja de ser el más sencillo y confiable, siempre y cuando el lugar donde se realice el aforo garantice que al recipiente llegue todo el volumen de agua que sale por la descarga; se debe evitar la pérdida de muestra en el momento de aforar, así como represamientos que permitan la acumulación de sólidos y grasas.

Este método es de fácil utilización en el caso que el suelo donde se disponga la caneca sea firme y no permite que esta se hunda o se mueva. Dentro de los principales problemas que se pueden presentar es la manipulación de las canecas por su peso exagerado. Este proceso completo se repite cuantas veces sea necesario para obtener una muestra compuesta en un periodo de tiempo establecido, como se describe más adelante. Cada porción de muestra tomada en el aforo se almacena en su respectivo recipiente hasta completar las porciones necesarias para la integración.

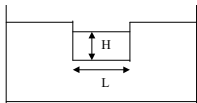
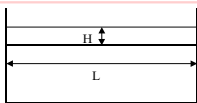
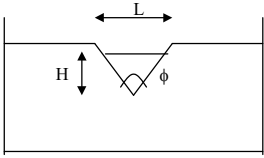
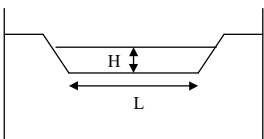
Método del vertedero

Este método aplica para plantas de tratamiento, grandes industrias etc., según las características físicas (geometría) de la salida del efluente, y en el caso que el método volumétrico sea inoperante, se puede aplicar el método del vertedero, que consiste en una obstrucción hecha en el canal para que el líquido retroceda un poco atrás de ella y fluya sobre o a través de ella. Si se mide la altura de la superficie líquida corriente arriba es posible determinar el flujo.

La posibilidad de utilizar este método dependerá de las características del efluente y de las instalaciones que este posea. En



caso de tomar la decisión de utilizar un vertedero de geometría conocida implica necesariamente que el flujo del vertimiento se dirija sobre un canal abierto, en el cual se pueda conocer la carga o cabeza (H) de la corriente sobre el vertedero. Con este valor se podrá determinar el caudal en el canal. Este método no es muy aplicable por dos razones: a) la mayoría de las descargas se realizan por medio de tuberías y b) el lograr coincidir un vertedero de geometría conocida (rectangular con o sin contracción, triangular o trapezoidal) y graduado con el ancho del canal es bastante improbable.

TIPO DE VERTEDERO	DIAGRAMA	ECUACIÓN
Rectangular con contracción		$Q = 1,83 * L * H^{1,5}$ $Q =$ caudal en m^3/seg $L =$ longitud de cresta, m $H =$ cabeza en m
Rectangular sin contracción (cuando cae por una pared)		$Q = 3,3 * L * H^{1,5}$ $Q =$ caudal en m^3/seg $L =$ longitud de cresta, m $H =$ cabeza en m
Triangular		$\phi = 90^\circ$ $Q = 1,4 * H^5/2$ $Q =$ caudal en m^3/seg $H =$ cabeza en m $\phi = 60^\circ$ $Q = 0,775 * H^{2,47}$ $Q =$ caudal en m^3/seg $H =$ cabeza en m
Trapezoidal		Si la pendiente de los lados tiene una relación $4_{(vertical)} / 1_{(horizontal)}$ se aplica: $Q = 1,859 * L * H^{1,5}$ $Q =$ caudal en m^3/seg $L =$ longitud de cresta, m $H =$ cabeza en m
Cresta gruesa		$Q = 1,67 * L * H^{1,5}$ $Q =$ caudal en m^3/seg $L =$ longitud de cresta, m $H =$ cabeza en m

En caso de encontrar instalado en el efluente un vertedero con una geometría diferente a las consignadas en el cuadro, se debe contar con su ecuación de calibración para calcular el caudal, de lo contrario no puede determinarse este valor en campo. Si se instala el vertedero en el momento del aforo, se

debe tener cuidado de cubrir la totalidad del ancho del canal de manera que todo el flujo se vea represado por el vertedero, adicionalmente se deben tener las siguientes precauciones:

- Se recomienda utilizar vertederos triangulares para descargas pequeñas, en dónde se debe cuidar que la cabeza (H) mínima sea de 6 cm y la máxima de 60 cm. \leftrightarrow
- La placa del vertedor debe ser una hoja metálica o de otro material con poca aspereza, ya que al aumentar la aspereza del lado corriente arriba de la placa del vertedor el coeficiente de la ecuación de calibración aumenta, al incrementarse el espesor de la capa límite.

Canales abiertos

Aplica para efluentes como canales, quebradas, ríos, zanjas etc. En algunas ocasiones se podrá observar la presencia de instalaciones que permiten la salida fácil del vertimiento y con dimensiones conocidas o fácilmente medibles (aplicar tabla). Una vez se conozca el área de la sección transversal de la salida del vertimiento se determina la velocidad de salida.

Esta velocidad se puede obtener mediante la utilización de un elemento que flote a lo largo del canal o tubería (método flotador), de manera que pueda determinarse la velocidad superficial del vertimiento o mediante la utilización de un molinete para hallar la velocidad media de la corriente.

Molinete

Implementos

- Molinete, con hélice del tamaño apropiado para el intervalo de caudales que se va a aforar. Se coloca el número de secciones del eje del molinete necesarias para la profundidad del canal. Según la frecuencia de uso, debe calibrarse regularmente y verificar el nivel de aceite interno. Una vez terminado el aforo se guarda completamente seco.



- Cinta métrica, de un material polimérico que resista a las condiciones de trabajo de campo.
- Cronómetro.
- Tacómetro, para la determinación de las revoluciones de la hélice. Comúnmente funciona con baterías, por lo que se debe verificar su estado.
- Varillas, para la medición de profundidades del canal. Se utilizan por lo general, las que traen el molinete para su instalación en la sección transversal de control del canal a aforar.

Aforo

Se establece la sección transversal de control en la que se realizará el aforo. Para seleccionar la sección transversal del canal que se tomará para el aforo, se debe tener en cuenta las siguientes condiciones:

- No deben existir obstáculos sobre la corriente que alteren el paso del agua.
- Seleccionar una sección en la que las orillas del canal sean paralelas.
- Evitar secciones con presencia de excesiva turbulencia.

Se tiende una cuerda sobre el canal, que señale la sección transversal de control seleccionada. Esta cuerda debe permanecer amarrada firmemente a las orillas del canal, de manera que se evite cualquier desplazamiento de esta. Para facilitar la determinación de los puntos de medición de velocidad de la corriente, esta cuerda puede tener marcaciones cada metro o medio metro.

Si no es posible tender esta cuerda, se debe tomar como referencia algún objeto ubicado en las orillas del canal para verificar en el desarrollo del aforo la localización de la misma. Tomando como referencia la cuerda tendida sobre el canal, se mide con la cinta métrica el ancho de este (W). Se establece el número y

espaciamiento entre los puntos en los que se medirá la velocidad del agua con el molinete, según:

- Para un canal de fondo plano sin diferencia de profundidades a lo largo de la sección transversal, se toma la velocidad de la corriente con el molinete sobre una misma posición en el canal.
- Para un canal de fondo irregular o con diferencias de profundidad, se toman entre tres y seis datos de velocidad de la corriente con el molinete, según el ancho del canal (entre más ancho, tomar mayor número de mediciones). Para ello, dividir el ancho de la sección transversal entre cuatro a siete partes (denominadas verticales) y tomar mediciones de velocidad y profundidad (H) del canal en cada una de estas.

Para medir la velocidad de la corriente con el molinete, se selecciona el molinete a utilizar según el intervalo de caudal a aforar. Se inserta el molinete en el número de varas necesarias para que la base de la primera de ellas descansa sobre el fondo del canal. Se coloca la punta del molinete en dirección aguas arriba de la corriente, a una altura equivalente al 20 % y 80 % de la profundidad del canal en ese punto (tirante). Se verifica el libre movimiento de la hélice. Se coloca en ceros el tacómetro del molinete y el cronómetro y se comienza el conteo simultáneamente en los dos dispositivos.

Al minuto de iniciado el conteo del tacómetro, se determina la cantidad de revoluciones de la hélice. Se repite la medición de velocidad para verificar la precisión de los datos. Se determina la profundidad del nivel de agua en el mismo lugar en el que se tomó la medida de velocidad de la corriente. Repetir los anteriores pasos para los demás puntos en los que se determinará la velocidad de la corriente.

Continúa Calculos en la siguiente página.



Cálculos

Para los cálculos se emplean las siguientes siglas:

A = área de la sección transversal, m²,

H = profundidad en cada vertical, m,

n = número de puntos de medición o verticales,

Q = caudal de la descarga, m³/s,

f = revoluciones por minuto del molinete, rpm,

V_i = velocidad de la corriente en cada vertical, m/s

V = velocidad promedio de la corriente, m/s, y

W = ancho de la corriente, m.

Las fórmulas son:

$A = W \times (\sum H_i) / n$, (ancho del canal por el promedio de las profundidades)

$V_i = a + b \times f$, (a y b son datos reportados por el fabricante del molinete)

$V = (\sum V_i) / n$, (promedio de las velocidades en cada vertical)

$Q = V \times A$, o de manera condensada:

$$Q = \frac{\sum (a + b \times f_i) \times \sum h_i}{n} \times W$$

Flotadores

Obtener el área transversal midiendo el ancho del efluente, luego dividir en secciones y medir la profundidad en cada una de ellas para obtener el área transversal promedio. Medir y demarcar una distancia conocida a lo largo del canal.

Colocar suavemente sobre la superficie del agua un elemento flotante en el canal y simultáneamente activar el cronometro; medir el tiempo transcurrido hasta que el objeto termine de recorrer la distancia asignada. Repetir este proceso varias veces y calcular el promedio.

El objeto flotante no se debe dejar caer ni arrojar sobre la corriente, por cuanto esto le imprimiría una velocidad que afecta la medición. La velocidad se calcula como:

$V = X / t$, donde

V = velocidad superficial, m/s

X = longitud recorrida por el elemento flotante, m

t = tiempo de recorrido del elemento flotante, s

El caudal se calcula como:

$Q = V \times A$, donde

Q = caudal, m³/s

V = velocidad superficial, m/s

A = área transversal promedio, m² (dependiendo de la geometría del sitio)

$A = W \times (\sum H_i) / n$, (ancho del canal por el promedio de las profundidades)

Cajas de inspección de efluentes y variaciones del aforo

A continuación, se describe el procedimiento a seguir cuando no es posible aplicar el método volumétrico para aforo y toma de muestra del caudal de efluentes, o cuando los puntos de vertimiento no presentan un diseño adecuado.

1. Tapas de cajas de Inspección

En algunas empresas se puede encontrar que las tapas de las cajas de inspección tienen un peso muy grande. Por ello, se requiere contar con un elemento que permita el movimiento de esta. En ciertos casos se puede presentar un problema tal que los ingenieros no cuentan que el material para realizar dicho movimiento; incluso se puede presentar una tapa de tal magnitud que se requiera de un montacargas, haciendo indispensable la ayuda de la propia empresa.

Es importante verificar el estado de las cajas de inspección, ya que estas pueden estar rotas y pueden ser un peligro para la persona encargada del muestreo y específicamente del aforo; en tal caso se debe pedir la colaboración de los trabajadores de la empresa por medio de la persona que este atendiendo la visita, para evitar la responsabilidad de los funcionarios en la manipulación de este tipo de tapas o elementos. Este hecho se debe colocar dentro de las observaciones en el formato de captura de datos.

2. Cajas de inspección rebosantes

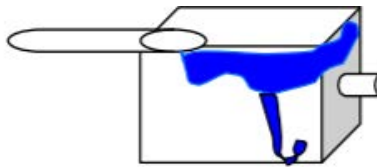
En algunas ocasiones se puede encontrar que las cajas de inspección están rebosando por algunos de sus lados y la determinación del caudal se hace imposible, razón por la cual se debe solicitar como primera medida hacer una limpieza a la caja y mientras tanto se verifica el proceso productivo.

Es importante que uno de los integrantes de la comisión de muestreo permanezca cerca de la caja para revisar como



se realiza la limpieza, pues muchas veces el problema hace referencia a presiones hidrostáticas con el alcantarillado, haciendo que las aguas residuales de la alcantarilla se regresen y tomando unas muestras no representativas del proceso industrial.

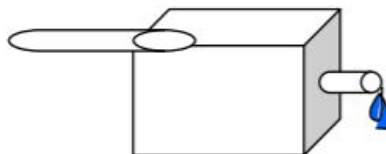
Si el problema no llegase a solucionarse por medio de esta limpieza debe medirse el caudal por medio de la observación y mediante cálculos de un vertedero horizontal, teniendo en cuenta el ancho del lado por donde está saliendo el vertimiento y calcular la altura del vertimiento, de igual manera se debe estimar la velocidad del vertimiento para así poder calcular el caudal.



3. Caudal insignificante

Las pequeñas empresas generan un caudal que en muchas ocasiones es difícilmente observado y mucho menos medido. Este vertimiento se desplazará sobre la pared de la caja de inspección, tanque de ecualización u otra unidad que realice la función de homogenizar los vertimientos y se deberá utilizar un tomamuestras.

Este implemento permite medir un volumen con mayor facilidad que un balde, ya que es cuadrado o rectangular permitiendo que se puede recostar contra la pared, igualmente este implemento ha sido previamente graduado a unos volúmenes conocidos. Generalmente estos tomamuestras son de carácter casero.



4. Cajas de inspección con afluente y efluente al mismo nivel o en el fondo

Cuando se encuentre una caja de inspección en la cual las tuberías o conductos del afluente y el efluente de la caja se encuentren al mismo nivel o que estén a ras del fondo de la caja de tal manera que hagan imposible la colocación del balde de aforo, se puede aplicar alguna de las siguientes dos soluciones.

La primera, en el caso de presentarse una caja o unidad con dimensiones conocidas, la comisión deberá sellar el efluente y determinar el incremento de la lámina de agua, de tal manera que se pueda realizar una curva de crecimiento con el tiempo. Si las dimensiones de la caja son conocidas, se puede determinar un volumen y mediante un cronometro se ha determinado el incremento de la lámina de agua.

Es importante verificar que la salida del tubo ha sido perfectamente sellada, para evitar fugas del vertimiento que puedan alterar la lectura del aforo y posterior muestreo. La segunda posibilidad hace referencia a que la caja no cuente con una forma uniforme y por consiguiente la toma de medidas sea imprecisa, siendo necesario tapar o sellar el afluente de la caja y desocuparla.

Paso posterior se deberá llenar la caja de una cantidad conocida de agua y aforar la caja (20 litros y 30 litros, o según las características del caudal de la empresa lo permitan) una vez aforada la caja se libera el tapón del afluente y se observa el crecimiento de la lámina de agua con respecto al tiempo y se toma el valor de caudal.

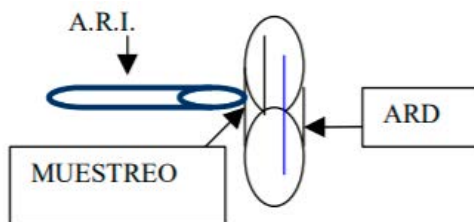
5. Empresas sin caja de inspección

Debido a las características de las pequeñas y medianas empresas, algunas no cuentan con caja de inspección y los vertimientos salen por un canal o simplemente por el piso de la empresa. En caso de que el vertimiento salga por



el piso de la empresa, se pueden aplicar las siguientes soluciones:

- Si la empresa no cuenta con un piso adecuado, es decir, este está sobre suelo (tierra), se puede llegar a excavar un pequeño hueco con el cual se logra introducir el balde o elemento para realizar el aforo.
- En el caso que la empresa cuente con un piso en concreto u otro material que permita la circulación del vertimiento, se debe verificar el sitio donde el vertimiento cae o se mezcla con el alcantarillado y en ese lugar realizar el aforo. Es muy posible que dicho sitio corresponda a un sector fuera de la industria.
- En algunas ocasiones las empresas no cuentan con cajas de inspección y mezclan los vertimientos de aguas residuales industriales con los de aguas domésticas; este percance debe ser anotado dentro del formulario de captura de datos, en lo correspondiente a Observaciones. En el caso de presentarse esta problemática, se debe medir el caudal antes de que se realice la combinación de los dos alcantarillados.²⁶

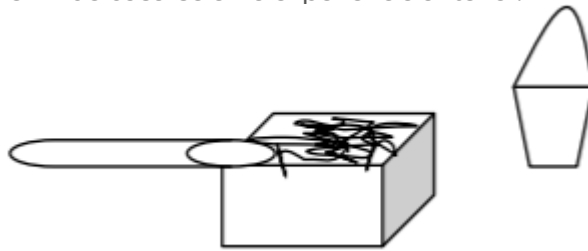


6. Trampas de grasas

Como su nombre lo indica la trampa de grasas busca retener las grasas presentes en el efluente, de tal manera que funciona como un sistema de pretratamiento. El ingeniero de muestreo, con ayuda del auxiliar, deberá determinar si después de la trampa de grasas existe otra unidad de pretratamiento, caso en el cual la muestra deberá ser tomada en esta última unidad.

En el caso de que no se encuentre la caja de inspección y el efluente de esta se dirija hacia el alcantarillado, el muestreo y aforo deberá ser tomado antes del alcantarillado. Si las circunstancias no lo permiten, se buscará la manera de realizar el aforo y el muestreo a la salida de la trampa de grasas, con un cuidado tal que no se modifiquen los análisis por la presencia excesiva de grasas.

Como sugerencia la comisión deberá solicitar a la empresa la remoción de las grasas presentes en la trampa y luego realizar el proceso de muestreo y aforo. Igualmente, un mecanismo importante y que puede ser aplicado es preguntar cómo han sido realizados los muestreos en ocasiones anteriores, con el fin de basarse en la experiencia anterior.



7. Grandes descargas de agua residual

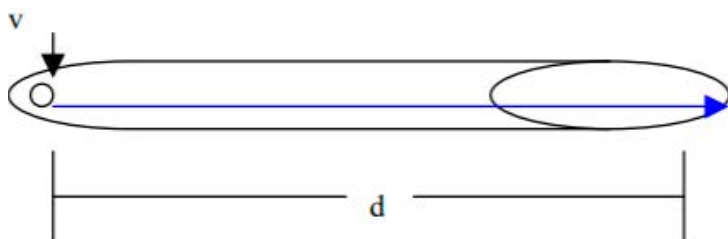
Existe la posibilidad que algunas industrias realicen un vertimiento de gran volumen, trayendo como consecuencia que la medición por el método volumétrico con el balde sea inoperante, de tal manera que se deberán utilizar otras herramientas de mayor volumen, como por ejemplo canecas de 55 galones. La toma del tiempo de llenado de la caneca se convierte en un factor muy importante; por tal motivo se deben implementar mecanismos para determinar el tiempo exacto de llenado.

Estos mecanismos pueden ser, entre otros, retirar de la caneca del sitio de vertimiento por arrastre con cuerdas, montar previamente la caneca sobre una plataforma con rodachines de tal manera que se pueda halar fácilmente, o tapar la caneca una vez llena.



8. Tuberías

En el caso de que el vertimiento siempre se desplace por una tubería y no realice un salto donde se pueda aforar, es necesario implementar otro sistema de aforo, el cual puede ser determinar el diámetro interno del alcantarillado por donde se desplaza el vertimiento, verificar la altura que alcanza el vertimiento dentro de esta tubería y estimar la velocidad del mismo dentro de la tubería. Así, con los datos de área y velocidad se determina el caudal del vertimiento.



9. Muestreo con bomba peristáltica

Para aquellos casos en que sea imposible o inadecuado tomar las muestras con el balde de aforo, se empleará una bomba peristáltica. Se programa la bomba para tomar porciones del efluente en los intervalos de tiempo definidos (según el tiempo total de composición) y en las cantidades requeridas para la composición de la muestra.

Antes de iniciar la toma de muestra, se purgan las conducciones o mangueras durante 1 a 4 minutos. Las porciones de muestra obtenidas se almacenan en cada uno de los recipientes (baldes) para la posterior composición de la muestra. Al final del proceso se hace pasar un flujo abundante de agua limpia para lavar las conducciones de la bomba.

VI. Resultados

VII. Conclusiones

VIII. Recomendaciones



Bibliografía

- Autoridad Nacional del Agua. (2016). *Protocolo Nacional para el Monitoreo de la Calidad de los Recursos Hídricos Superficiales*. Ministerio de Agricultura y Riego. <https://bit.ly/3AlYvmN>
- Clarivate (s. f.). *Home*. Recuperado el 17 de enero de 2021, de <https://bit.ly/3qKslJ3>
- Elsevier (s. f.). *Portal Scopus*. <https://bit.ly/33OomHO>
- Kurita, W. (1999). *Handbook of water treatment* (2.nd ed.). Kurita.
- Ministerio del Ambiente (Perú) (7 junio, 2017). Decreto Supremo N.º 004-2017-MINAM.-Aprueban Estándares de Calidad. <https://sinia.minam.gob.pe/normas/aprueban-estandares-calidad-ambiental-eca-agua-establecen-disposiciones>
- Ministerio de Energía y Minas. (s. f.). Protocolo de Monitoreo de Calidad de Agua. <https://bit.ly/3qAGVlg>
- Ministerio de Vivienda, Construcción y Saneamiento. (2019). *Decreto Supremo N.º 010-2019-Vivienda del 9 de marzo de 2019. Por la cual se aprueba el reglamento de valores máximos admisibles (VMA) para las descargas de aguas residuales no domésticas en el sistema de alcantarillado sanitario*. <https://bit.ly/3KdT3H3>
- Romero, J. A. (2008). *Tratamiento de aguas residuales: teoría y principios de diseño* (3.^a ed.). Escuela Colombiana de Ingeniería.
- Springer Nature (s. f.). *Search*. <https://bit.ly/3A7OwBe>
- Tchobanoglous, G. y Burton, F. L. (1995). *Metcalf & Eddy: Ingeniería de aguas residuales: tratamiento, vertido y reutilización* (3.^a ed., Vol. 1). McGraw-Hill.

