

Tratamiento de Aguas Residuales

Guías de Laboratorio

Visión

Ser una de las 10 mejores universidades privadas del Perú al año 2020, reconocidos por nuestra excelencia académica y vocación de servicio, líderes en formación integral, con perspectiva global; promoviendo la competitividad del país.

Misión

Somos una universidad privada, innovadora y comprometida con el desarrollo del Perú, que se dedica a formar personas competentes, íntegras y emprendedoras, con visión internacional; para que se conviertan en ciudadanos responsables e impulsen el desarrollo de sus comunidades, impartiendo experiencias de aprendizaje vivificantes e inspiradoras; y generando una alta valoración mutua entre todos los grupos de interés.



Índice

Visión	2
Misión	2
Normas Básicas de Laboratorio.....	4
Asistencia:	4
Cuaderno:.....	4
Evaluación:	4
Normas de Seguridad.....	5
Comportamiento	5
Vestimenta	5
Manipulación de sustancias químicas	5
Residuos	6
Pictogramas de Seguridad	7
Riesgo de Accidentes.....	9
Bibliografía.....	9
Primera unidad.....	10
Guía de práctica N° 1: Análisis de Sólidos.....	10
1. Propósito /Objetivo (de la práctica):.....	10
2. Fundamento Teórico	10
2.2. Definiciones	10
2.3. Fuentes de error y variabilidad.....	10
2.4. Manipulación y preservación de la muestra.....	11
2.5. Sólidos totales secados a 103-105°C.....	11
2.6. Sólidos totales disueltos secados a 180°C.....	11
2.7. Sólidos totales en suspensión secados a 103-105°C.....	11
2.8. Sólidos fijos y volátiles incinerados a 550°C.....	12
3. Equipos, Materiales y Reactivos	12
3.1. Equipos.....	12
3.2. Materiales	12
3.3. Reactivos	12
4. Procedimientos:.....	13
Sólidos Totales y Sólidos Totales Volátiles	13
Sólidos Totales en la Suspensión y Sólidos Volátiles en la Suspensión	13
Sólidos Totales Disueltos y Sólidos Volátiles Disueltos	14
Referencias bibliográficas consultadas y/o enlaces recomendados.....	14
Cuarta unidad	15
Guía de práctica N° 2: Determinación de Compuestos Orgánicos (DBO y DQO)	15
1. Propósito /Objetivo (de la práctica):.....	15
2. Fundamento Teórico	15
3. Equipos, Materiales y Reactivos	15
4. Procedimientos:.....	16
Demanda Química de Oxígeno (DQO).....	16
Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)	18
Referencias bibliográficas consultadas y/o enlaces recomendados	19



Normas Básicas de Laboratorio

Asistencia:

- La asistencia será obligatoria a las sesiones de Laboratorio. Se realizará control de asistencia. La no asistencia a las sesiones prácticas serán tratadas a lo que indica las normas de la Universidad.
- Los alumnos deben asistir a las sesiones prácticas provistos de cuadernos, bata, guantes, gafas protectoras.

Cuaderno:

El alumno elaborará durante el desarrollo de las diferentes sesiones prácticas un cuaderno personal de cada sesión práctica en el laboratorio. El cuaderno no podrá salir del laboratorio y al finalizar las sesiones prácticas el alumno deberá entregar al profesor. Dicho cuaderno podrá ser retirado al finalizar el ciclo. En el cuaderno de laboratorio deben incluirse los siguientes puntos.

- Título de la práctica.
- Número de orden y fecha de su realización.
- Esquema de reacción en el que figure las formulas estructurales de los compuestos.
- Procedimiento seguido para la realización de la práctica indicando el montaje, técnicas utilizadas, esquemas.
- Cálculos
- Identificación
- Incidencia o comentarios que considere de interés a los largo de la realización se la práctica.
- Bibliografía.

Evaluación:

Para superar la asignatura se tendrá en cuenta los siguientes apartados, indicándose entre paréntesis el porcentaje en la nota final de cada uno de ellos.

- Examen teórico práctico de los contenidos impartidos (60%)
- Cuaderno de Laboratorio confeccionado por el alumno (20%)
- Actitud del alumno (20%): Se evaluará al alumno teniendo en cuenta su participación activa en las clases prácticas, rotura de material (la rotura de material y su reposición se controlará a través del profesor responsable mediante una ficha firmada por el alumno en la que se describa el material repuesto), la respuesta a preguntas realizadas en el laboratorio, manipulación de material y productos químicos, etc.

La nota final se confeccionará mediante media ponderada de los apartados anteriores.



Normas de Seguridad

Comportamiento

- Sigue todas las indicaciones que tu profesor te requiera
- Estudia cada experiencia antes de clase. Antes de llevar a cabo cualquier experimento, lee detenidamente el procedimiento experimental.
- No molestes ni distraigas a tus compañeros. Mantén una actitud responsable, tu seguridad y la de tus compañeros depende de ello. Un comportamiento distraído puede provocar accidentes graves, por lo que es necesario que prestes la mayor atención en todo momento.
- En la mesa de trabajo sólo debes colocar el cuaderno de prácticas u los utensilios que bayas a utilizar. Evitar colocar ropa delicada, apuntes, libros, bolsos, etc. Utiliza los casilleros que hay para tal fin.
- Mantén ordenado y limpio tu lugar de trabajo y el material de laboratorio. El orden y limpieza evitan muchos accidentes potencialmente peligrosos.
- No comas, bebas o fumes en el laboratorio de prácticas. No mastiques chicles.

Vestimenta

- Utiliza la bata de laboratorio siempre que trabajes en el mismo, utilízala siempre abrochada.
- No uses pantalones cortos.
- Protege tus manos con guantes.
- Protege siempre tus ojos con las gafas de seguridad.
- En caso de usar lentes de contacto ten especial cuidado, si puedes evítalas.
- No uses sandalias o zapatos descubiertos, cualquier pequeño accidente puede causar quemaduras o cortes.
- El cabello debe estar recogido.

Manipulación de sustancias químicas

- Recuerda las propiedades los compuestos que manejas. En general, asume que todos los compuestos químicos son potencialmente peligroso.
- Lávate las manos al entrar y al salir del laboratorio, o cuando hayas estado en contacto con algún producto químico.
- Consulta las etiquetas de los recipientes. No emplees un reactivo sin haber leído previamente la etiqueta, prestado atención a los pictogramas de seguridad y a los consejos para su manejo.
- Debes realizar una manipulación cuidadosa de los productos químicos.
- No inhales ningún producto. Jamás intentes "probar" los productos.
- No hagas uso de las pipetas succionado con la boca. Utiliza un dosificador o una pera de goma.
- Evita el contacto con la piel. No toques directamente los productos.
- Evita al pesar tocar directamente las sustancias. Usa espátulas u otros instrumentos que impidan el contacto directo con la piel.
- No uses ni llamas ni fuentes de calor en las proximidades de los productos y reactivos.
- Cuando utilices placas calefactoras, ten cuidado con las mismas con objeto de evitar quemaduras o sobrecalentamientos.
- Nunca calientes un sistema (matraz, montaje ...) completamente cerrado (tapón)
- En el calentamiento de tubos de ensayo con muestras en el interior, no debe mirarse el interior del mismo mientras se calienta ni tampoco debes apuntar la boca del tubo en dirección de algún compañero.
- No llenes un tubo de ensayo más de 2-3cm, caliéntelo de lado utilizando pinzas.
- Cuando sea preciso utilizar refrigeración mediante corriente de agua, ten mucho cuidado en regular y vigilar el caudal de agua.
- Trabaja siempre que sea posible en las vitrinas. La manipulación de disolventes, reactivos y reacciones que puedan desprender vapores tóxicos debe realizarse siempre en vitrina.



- Extrae de cada recipiente de reactivo solo la cantidad que necesites, con el fin de no generar residuos.
- Cierra todas las botellas y recipientes una vez utilizados. Mantén especial cuidado en no derramar los reactivos ni disolventes.
- Antes de poner en marcha aparatos e instalaciones hay que conocer su funcionamiento y requisitos de seguridad.
- Al finalizar cada sesión recoger los materiales y reactivos usados.
- Asegúrate de desconectar los aparatos y cerrar las llaves de los grifos.
- Cualquier recipiente donde se encuentre grandes volúmenes de sustancias químicas peligrosas como ácidos y álcalis, deben ser manipulados por el profesor o ayudante de laboratorio.

Residuos



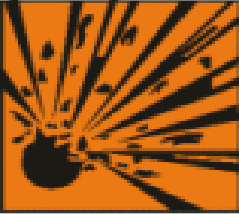


Durante el desarrollo de las prácticas se pueden generar residuos de diferente tipo

- Disolventes clorados
- Disolventes no clorados
- Disoluciones acuosas
- Sales inorgánicas
- Papel de filtro usado
- Agujas
- Productos orgánicos sólidos diversos
- Vidrio procedente de tortas de material.






Existen recipientes y contenedores adecuados en cada laboratorio, para el almacenamiento y posterior tratamiento de los residuos.



Pictogramas de Seguridad

Símbolo	Peligro	Precaución
 Comburente Oxidising Comburant O	Compuestos que pueden inflamar sustancias combustibles o favorecer la amplitud de incendios ya declarados, dificultando su extinción	Evitar el contacto con sustancias combustibles
 Corrosivo Corrosive Corrosif C	Por contacto con estas sustancias se destruye tejido vivo y otros materiales	No inhalar los vapores y evitar el contacto con la piel, ojos y ropa
 Explosivo Explosive Explosible E	Sustancias que pueden explotar bajo determinadas condiciones	Evitar choque, percusión, fricción, chispas y calor
 Extremadamente inflamable Extremely flammable Extrêmement inflammable F+	Sustancias extremadamente inflamables, bien de forma espontánea, o en contacto con el aire o el agua.	Aislar de fuentes de calor, llamas o chispas
 Inflamable Flammable Inflammable F	Sustancias inflamables o volátiles	Aislar de fuentes de calor, llamas o chispas



 Irritante Irritant Irritant Xi	Producen irritación sobre la piel, ojos y sistema respiratorio	No inhalar los vapores y evitar el contacto con la piel
 Peligroso para el Medio Ambiente N	Sustancias que afectan de manera irreversible al medio ambiente	Evitar su eliminación de forma incontrolada
 Tóxico Toxic Toxique T	Sustancias que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar riesgos para la salud	Evitar cualquier contacto con el cuerpo humano
 Muy Tóxico Very Toxic Très Toxique T+	Sustancias que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar graves riesgos para la salud	Evitar cualquier contacto con el cuerpo humano y en caso de malestar acudir al médico
 Nocivo Harmful Nocif Xn	Producen efectos nocivos de poca trascendencia	Evitar contacto e inhalación de vapores



Riesgo de Accidentes

La manipulación de una gran variedad de sustancias químicas y utensilios va a conllevar riesgos:

- Generales: mecánicos, eléctricos, etc.
- Específicos:
 - Dependiendo de las características de los aparatos y utensilios utilizados.
 - Del proceso con temperaturas y presiones elevadas.
 - De las propiedades peligrosas de los productos manipulados.

Todos estos riesgos provocan accidentes que pueden tener consecuencias muy graves. Por eso es importante identificar y controlar los peligros potenciales.

- Compruebe la localización exacta de duchas de seguridad, botiquín, lavaojos, mantas ignífugas, salidas de emergencia y extintores.
- En caso de accidente, aunque parezca insignificante, avisa inmediatamente al responsable del laboratorio.
- Si una sustancia corrosiva entra en contacto con ojos o piel, lavar inmediatamente durante 10 minutos con los lavaojos o las duchas de seguridad.
- Quítate las ropas y objetos mojados por el producto.
- No intentes neutralizar.
- En caso de acudir al médico, llevar la etiqueta y ficha de datos de seguridad del producto.

Bibliografía.

<http://www.ugr.es/~quiorred/lab/seguridad/pictograma.htm>



Primera unidad

Guía de práctica N° 1

Análisis de sólidos

Sección :Docente: UGARTE ALVAN Carlos Alfredo
Fecha :/...../..... Duración:

1. Propósito /Objetivo (de la práctica):

- Analizar las variables de las aguas residuales para poder establecer el punto de partida del tratamiento.
- Cuantificar la presencia de sólidos en muestras de aguas residuales
- Reportar los resultados obtenidos.

2. Fundamento Teórico

Sólidos son los materiales suspendidos o disueltos en aguas limpias y aguas residuales. Los sólidos pueden afectar negativamente a la calidad del agua o a su suministro de varias maneras. Las aguas con abundantes sólidos disueltos suelen ser de inferior palatabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor ocasional. Así tenemos que para las aguas potables se establece un límite de 500mg/l de sólidos disueltos. Las aguas altamente mineralizadas tampoco son adecuadas para muchas aplicaciones industriales o incluso resultan estéticamente insatisfactorias para bañarse. Los análisis de sólidos son importantes en el control de procesos biológicos y físicos de aguas residuales, y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan u vertido.

2.2. Definiciones

Sólidos totales: Es la expresión que se aplica a los residuos de material que quedan en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a una temperatura definida. Los sólidos totales incluyen dos grupos que son los siguientes:

Los sólidos totales suspendidos o porción de sólidos totales retenidos por un filtro.

Los sólidos disueltos totales o porción que atraviesa el filtro.

Sólidos fijados: Es la expresión aplicada al residuo de *sólidos totales, suspendidos o disueltos* después de ser sometidos a ignición durante un tiempo determinado una temperatura específica.

Sólidos volátiles: La pérdida de peso debido a la ignición se debe a los sólidos volátiles.

2.3. 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 perderá 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 CO_2 , 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 proporciona 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.

2.4. Manipulación y preservación de la muestra.

Utilice botellas de plástico o vidrio refractario, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente. Iníciase el análisis lo antes posible, pues resulta poco útil preservar la muestra. Refrigérese a 4°C hasta realizar el análisis, para reducir al mínimo la descomposición microbiológica de los sólidos.

2.5. Sólidos totales secados a $103-105^\circ\text{C}$.

Se evapora una muestra correctamente mezclada en una placa pesada y secada a peso constante en un horno a $103-105^\circ\text{C}$. El aumento de peso sobre la placa vacía representa los sólidos totales. Es posible que en muestras de aguas residuales los resultados no representen el peso real de los sólidos disueltos y suspendidos.

Interferencias: El agua fuertemente mineralizada con una concentración significativa de calcio y magnesio, cloruro y/o sulfato puede ser higroscópica y requerir un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesado rápido.

Elimínense las partículas gruesas flotables o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos si se decide que su inclusión no es deseable en el resultado final. Dispérsese con un mezclador la grasa y el aceite flotante antes de separar una porción de muestra para el análisis. Puesto que un residuo excesivo en la placa puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor a 200mg.

2.6. Sólidos totales disueltos secados a 180°C .

Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio; posteriormente, el filtrado se evapora hasta que se seque en una placa pesada y secada a peso constante a 180°C . El aumento de peso de la placa representa los sólidos totales disueltos.

Es posible que los resultados no coincidan con el valor teórico para sólidos calculado a partir del análisis químico de la muestra. Se han puesto a punto métodos aproximativos para correlacionar los análisis químicos con sólidos disueltos. Para determinar los sólidos totales disueltos, puede utilizarse el filtrado a partir de la determinación de sólidos totales en suspensión.

Interferencias: El agua fuertemente mineralizada con una concentración significativa de calcio y magnesio, cloruro y/o sulfato puede ser higroscópica y requerir un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesado rápido. Las muestras ricas en bicarbonato requieren un secado cuidadoso y probablemente, prolongado, a 180°C , para asegurar la conversión completa de bicarbonato a carbonato. Puesto que un residuo excesivo en la placa puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200mg.

2.7. Sólidos totales en suspensión secados a $103-105^\circ\text{C}$.

Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio, y el residuo retenido en el mismo se seca a un peso constante a $103-105^\circ\text{C}$. El aumento de peso del filtro representa los sólidos totales en suspensión. Si este material obtura el filtro y prolonga la operación de filtrado, la diferencia entre el total de sólidos y el total de sólidos disueltos puede proporcionar un cálculo aproximado de los sólidos totales en suspensión.

Interferencias: Elimínese de la muestra las partículas gruesas flotables o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos, si se decide que su inclusión no es deseable en el resultado final. Puesto que un residuo excesivo sobre el filtro puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200mg. Para las muestras ricas en sólidos disueltos, lávese meticulosamente el filtro para asegurar la eliminación del material disuelto. Los tiempos de filtración prolongados, consecuencia de la obturación del filtro, pueden originar resultados altos debido a una cantidad excesiva de sólidos capturados en el filtro obturado.



2.8. Sólidos fijos y volátiles incinerados a 550°C.

Los residuos obtenidos con los métodos anteriores explicados se incineran, a peso constante, a una temperatura de $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$. Los sólidos remanentes representan los sólidos totales fijos, disueltos o en suspensión, mientras que la pérdida de peso por ignición representa los sólidos volátiles.

La determinación es útil para el control de las operaciones en plantas de tratamiento de aguas residuales, porque ofrece un cálculo aproximado de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida del agua residual, lodos activados y residuos industriales.

Interferencias: Durante el proceso de secado pueden producirse errores negativos en los sólidos volátiles por pérdida de materia evaporable. La determinación de bajas concentraciones elevadas de sólidos fijos puede estar sujeta a errores considerables. En tal caso, deberán medirse los compuestos volátiles mediante otra prueba, la del carbono orgánico total.

3. Equipos, Materiales y Reactivos

3.1. Equipos

Ítem	Equipo	Característica	Cantidad
1	Balanza analítica	Sensibilidad 0.0001g	1
2	Mufla eléctrica	Mantener temperatura de 550°C	1
3	Estufa automatizada	Mantener temperatura de 103 a 105°C	1
4	Bomba de vacío o eyector		1
5	Estufa automatizada	Mantener temperatura de 103 a 105°C	1
6	Estufa automatizada	Mantener temperatura de 103 a 105°C	1
7	Estufa automatizada	Mantener temperatura de 103 a 105°C	1

3.2. Materiales

Ítem	Material	Característica	Cantidad
1	Cápsula de porcelana	Capacidad 250 ml y soporte temperaturas mayores a 550°C	4
2	Desecador	Con deshidratante adecuado	1
3	Disco de filtro de fibra de vidrio		2
4	Crisoles de Gooch	Adecuado al tamaño de muestra.	2
5	Matraz Kitasato	Con accesorios.	2
6	Vaso de precipitado	De 100ml	4
7	Vaso de precipitado	De 250ml	4
8	Bagueta		1
9	Pipeta graduada	10ml.	1
10	Pipeta graduada	5ml	1
11	Pipeta volumétrica	10ml.	1
12	Pipeta volumétrica	5ml	1
13	Piceta		1

3.3. Reactivos

Ítem	Reactivo	Característica	Cantidad
1	Agua destilada		



4. Procedimientos:

Sólidos Totales y Sólidos Totales Volátiles

Sólidos Totales

Primero: Preparación de la capsula de evaporación

- Siempre maneje la cápsula mediante pinzas metálicas. No manipule la cápsula con la mano.
- Seque la cápsula en el Horno precalentado a 105°C durante 2 horas, lleve la cápsula a un desecador y deje enfriar, como mínimo, durante 2 horas. De esta forma se asegura el peso inicial constante de la cápsula para el análisis.

Segundo: Procesamiento de la muestra

- Saque del desecador la cápsula correspondiente a la muestra que va a procesar.
- Pese la capsula (B)
- Agite la muestra invirtiendo el recipiente varias veces.
- De la muestra recién agitada, tome rápidamente una alícuota de 100 ml medida con probeta, transfiera cuantitativamente a la cápsula correspondiente, registre el volumen (volumen de la muestra en ml).
- Proceda a la evaporación de la muestra, tiene dos opciones:
 1. Coloque la cápsula para secado en el baño maría precalentado a la temperatura de ebullición del agua y luego retire la cápsula del baño cuando se haya secado totalmente.
 2. Evaporar en un horno de secado, pero en este caso deberá reducir la temperatura en 2°C aproximadamente del punto de ebullición a fin de evitar salpicaduras.
- Seque la cápsula en el Horno a 103 -105°C, durante 2 horas.
- Lleve la cápsula a un desecador y deje enfriar aproximadamente por 2 horas, hasta temperatura ambiente.
- Pese y registre el peso de la cápsula (A).

Tercero: Cálculo

$$(mg \text{ de sólidos totales})/l = ((A - B) \times 1000)/(vol. \text{ de muestra, ml})$$

En donde:

A=peso del residuo seco + placa, mg

B=peso de la placa, mg

Sólidos Volátiles Totales

Primero: Procesamiento de la muestra

- Para conocer el contenido de sólidos totales volátiles, introducir a la mufla a 550°C durante 15 a 20 minutos la capsula conteniendo el residuo de la experiencia anterior.
- Sacar la capsula de la mufla, enfriar en desecador y determinar su masa (C).

Segundo: Cálculo

$$(mg \text{ de sólidos totales volátiles})/l = ((A - C) \times 1000)/(vol. \text{ de muestra, ml})$$

En donde:

A=peso del residuo seco + placa, mg

C=peso de residuo calcinado + placa, mg.

Sólidos Totales en la Suspensión y Sólidos Volátiles en la Suspensión

Sólidos Totales en la Suspensión

Primero: Procesamiento de la muestra

- Pesar el filtro solo y seco en la balanza analítica. (B).
- Preparación de la muestra.
- Preparación del medio filtrante
 - Colocar un disco de fibra de vidrio en el crisol Gooch con la superficie rugosa hacia arriba, teniendo cuidado de que el disco cubra completamente las perforaciones del Gooch.
 - Colocar el crisol y el disco en un aparato de filtración, aplicando vacío. Lavar el disco con agua, dejando que el agua se drene totalmente.
- Medir con una probeta o pipeta volumétrica según proceda, un volumen adecuado de la cantidad seleccionada de muestra previamente homogeneizada la cual depende de la concentración esperada de sólidos suspendidos.
- Filtrar la muestra a través del disco y aún aplicando vacío, lavar el disco tres veces con 10 cm³ de agua, dejando que el agua drene totalmente en cada lavado.



- Suspender el vacío y secar el crisol en la estufa a una temperatura de 376 K a 378 K (103 a 105 °C) durante una hora. Sacar el filtro, dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su masa (A).

Segundo: Cálculo

$$(mg \text{ de sólidos totales en suspensión})/l = ((A - B) \times 1000)/(vol. \text{ de muestra en ml})$$

En donde:

A = Masa del crisol con el residuo, en mg

B = Masa del filtro, en mg

Sólidos Volátiles en la Suspensión

Primero: Procesamiento de la muestra

Para conocer el contenido de sólidos suspendidos volátiles, se procede de la manera siguiente: El crisol conteniendo el residuo y el disco se introducen a la mufla a una temperatura de 823 K \pm 25 K (550 \pm 25 OC) durante 15 a 20 minutos.

Sacar el crisol dejar enfriar en desecador y determinar su masa (C).

Segundo: Cálculo

$$(mg \text{ de sólidos volátiles en suspensión})/l = ((A - C) \times 1000)/(vol. \text{ de muestra en ml})$$

En donde:

C = Masa del crisol con el residuo, después de la calcinación, en mg

Sólidos Totales Disueltos y Sólidos Volátiles Disueltos

Sólidos Totales Disueltos

Primero: Cálculo

El contenido de sólidos disueltos totales, se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$SDT = ST - SST$$

En donde:

SDT = Sólidos disueltos totales, en mg/L

ST = Sólidos totales, en mg/dm³

SST = Sólidos suspendidos totales, en mg/L

Sólidos Volátiles Disueltos

Primero: Cálculo

Para la determinación de sólidos disueltos volátiles, se emplea la siguiente expresión:

$$SDV = STV - SSV$$

En donde:

SDV = Sólidos disueltos volátiles en mg/L

STV = Sólidos totales volátiles, en mg/L

SSV = Sólidos suspendidos volátiles, en mg/L

Referencias bibliográficas consultadas y/o enlaces recomendados

- Díaz, de S. (1992) *Métodos normalizados para análisis de aguas potables y residuales*.



Cuarta unidad

Guía de práctica N° 2

Determinación de compuestos orgánicos (DBO y DQO)

Sección :Docente: UGARTE ALVAN Carlos Alfredo
Fecha :/...../..... Duración: Indica. Tiempo

1. Propósito /Objetivo (de la práctica):

2. Fundamento Teórico

La Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO, BOD en inglés) es el método más tradicional que mide la cantidad de oxígeno que consumen los microorganismos al proliferar en el agua residual y alimentarse de su materia orgánica. Esto encaja muy bien con el propósito de evaluar el impacto en la fauna acuática de cuerpos receptores y también representa bien cuánto se puede prestar el agua como foco de infección, ya que diferentes compuestos de carbono tienen diferente valor como sustratos para el crecimiento de microorganismos.

Sin embargo, existen varios obstáculos al determinar la DBO:

La DBO es una medición que depende de la actividad microbiana y como tal su precisión inherente es menor en comparación a métodos abióticos.

Agentes tóxicos de la muestra pueden inhibir la actividad microbiana: en muestras con pH extremo o con cloro, se neutraliza el primero, se suprime el segundo y se inocula flora bacteriana nueva para garantizar la actividad microbiana, pero puede haber otros agentes inhibidores desconocidos.

La principal cuestión es que el resultado tarda: el tiempo estandarizado de incubación de la muestra es de cinco días, y el consumo de oxígeno en realidad puede continuar por más tiempo, por lo que es inútil como mecanismo de control en tiempo real para un proceso de tratamiento de agua.

Por estos motivos se requieren métodos que sean más rápidos y sustituyan la DBO como mecanismos de control.

La Demanda Química de Oxígeno es el método tradicional que reemplaza a los microorganismos y su uso del oxígeno con el uso de un reactivo oxidante fuerte, el dicromato de potasio en ácido sulfúrico y a alta temperatura. Como la cantidad de dicromato que reacciona está relacionada a la cantidad de oxígeno necesario para consumir la materia orgánica, puede estimarse el oxígeno que se consumiría junto con la materia orgánica, y ello en un tiempo de 90 minutos a 3 horas en lugar de 5 días, por lo que es mucho más práctico para controlar un proceso de tratamiento de agua.

¿Por qué seguir midiendo la DBO? Porque la relación no es universal ni directa. Hay sustancias como los nitritos, sulfitos y el ion ferroso que también reaccionan con el dicromato y serán registrados como consumo de oxígeno por materia orgánica. El mismo ion cloruro, presente en gran parte de las aguas naturales, puede interferir y requiere agregar reactivos como sales de plata y mercurio para suprimirlo, lo que implica el manejo y disposición de residuos tóxicos. Aparte, sigue habiendo un grupo de sustancias orgánicas como la piridina y el benceno que no reaccionan con el dicromato de potasio aunque puedan consumirlas los microorganismos. En la práctica, se deben hacer evaluaciones conjuntas de DBO y DQO para cada descarga específica con el fin de establecer una correlación útil.

3. Equipos, Materiales y Reactivos

3.1. Equipos

Ítem	Equipo	Característica	Cantidad
1	Equipo digital de medida de BBO		1
2	Agitador magnético		1
3	Reactor digestor para la prueba de DQO		1
4	Colorímetro		1
5	Turbidímetro		1

3.2. Materiales

Ítem	Material	Característica	Cantidad
1	Fioles	500ml	4
2	Vasos de precipitado	100 ml	4
3	Vasos de precipitado	250 ml	4
4	Vasos de precipitado	500 ml	4
5	Pipetas + propipetas	10 ml	4
6	Viales para medir DQO		5

3.2. Reactivos

Ítem	Reactivo	Característica	Cantidad
1	Hidróxido de potasio	En granalla	

4. Procedimientos:
Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Se cuenta con las muestras de agua residual de cierta industria lechera, procedente de: PLANTA DE HELADOS, PLANTA DE GOLOSINAS, PLANTA DE LÁCTEOS, PLANTA DE CULINARIOS.

Para realizar la prueba de DQO se sigue los siguientes pasos:

1. Se diluyo 50 ml de cada muestra de agua residual con 500 ml de agua destilada, obteniéndose una relación de 1 a 10. Agitar vigorosamente para homogenizar la mezcla.



Figura N° 1: Nuestras diluidas en los matraces volumétricos y debidamente rotulado

2. De la solución diluida se sustrae 2 ml de cada muestra (golosinas, helados, lácteos y culinarios) para luego verterlos en los viales que ya contiene la solución que nos va a permitir cuantificar el DQO, seguidamente se agitó para mezclar la muestra con la solución. Adicionalmente se prepara un blanco, agregando 2 ml de agua destilada a la solución del vial.



Figura N° 2: viales conteniendo la muestra más un blanco

3. Seguidamente los viales se llevó al reactor de digestión, que previamente se hizo calentar a una temperatura de 150°C según la normativa, donde se dejó digerir por un lapso de 2 horas.



Figura N°3: Reactor de digestión.

4. Finalmente se deja enfriar los viales durante 20 minutos a temperatura ambiente, para realizarla lectura de los viales en el colorímetro, para ello primero se realizó la lectura de un blanco que contiene la solución más 2 ml de agua, seguidamente se da la lectura del vial de cada planta.



Figura N4: Colorímetro el que nos permite cuantificar la cantidad de materia oxidable ya sea orgánica e inorgánica

Nota: a los valores obtenidos se le debe multiplicar por 10, ya que a la muestra se le ha diluido de 1 a 10 y así obtendremos el valor real de DQO de cada planta.

Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

Procedimiento:

- Para realizar la prueba de DBO_5 se utilizó las muestras de agua residual de las plantas industriales de golosinas, de lácteos y helados que anteriormente fueron diluidas en relación de 1 a 10.
- Para esta prueba se realizó los siguientes pasos:
- En primer lugar, se sustrajo 355 ml de muestra diluida y se vertió en el frasco winkler, que previamente se verifico que esté limpio y seco.



Figura N°: Los frascos winkler que ya contienen la muestra diluida.

- En segundo lugar, se agrega la pastilla magnética en los frascos winkler, ya que la muestra tiene que estar en constante agitación. Luego se agrega en el tampón hermético aproximadamente 2 o 3 pastillas de KOH para que absorba el CO_2 y H_2O que se libera por las bacterias.
- En tercer lugar los frascos son colocados en la máquina que nos permitirá cuantificar la cantidad de oxígeno que se requiere para oxidar la materia orgánica biodegradable. Para ello se le da las condiciones necesarias que son a $20^\circ C$ durante 5 días.



Referencias bibliográficas consultadas y/o enlaces recomendados

- Díaz, de S. (1992) *Métodos normalizados para análisis de aguas potables y residuales*.