



DISEÑO DE PLANTAS DE TRATAMIENTO

GUIAS 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.



Guía de práctica N° 1:

CARACTERIZACIÓN FÍSICA DE UN AGUA POTABLE Y RESIDUAL

Sección :Docente: Escribir el nombre del docente

Fecha :/...../2017

Duración: Indica. Tiempo

Instrucciones: Señalar las indicaciones necesarias que deberá tener en cuenta el estudiante para el uso del material

1. Propósito /Objetivo :

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

2. Fundamento Teórico

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

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



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

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

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

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

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



3. Equipos, Materiales y Reactivos

- Tubos de Nessler de 50 ml. de forma alta.
- Centrífuga Dynac.
- Espectrofotómetro.
- Turbidímetro Hellige Inc E.
- Conductímetro HANNA Ins.
- Colorímetro Hellige Inc.E
- Potenciómetro HANNA Ins.
- 2 vasos de precipitado de 250
- Tubo para centrífuga.
- 1 Electrodo.
- Celdas
- agua destilada

Muestra

- Agua Potable
- Agua Residual

4. Indicaciones/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.

5. 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

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



3. Determinación de la Conductividad eléctrica

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

4. Determinación de Turbidez

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

5. Determinación del color aparente

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

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

Dónde:

- A** = color estimado de una muestra diluida
- B** = mL de muestra tomados para la dilución

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



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

6. Determinación del color verdadero (Método espectrofotométrico)

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

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



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.(*)

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

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

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

Dónde:

$$fX = 0.09806$$

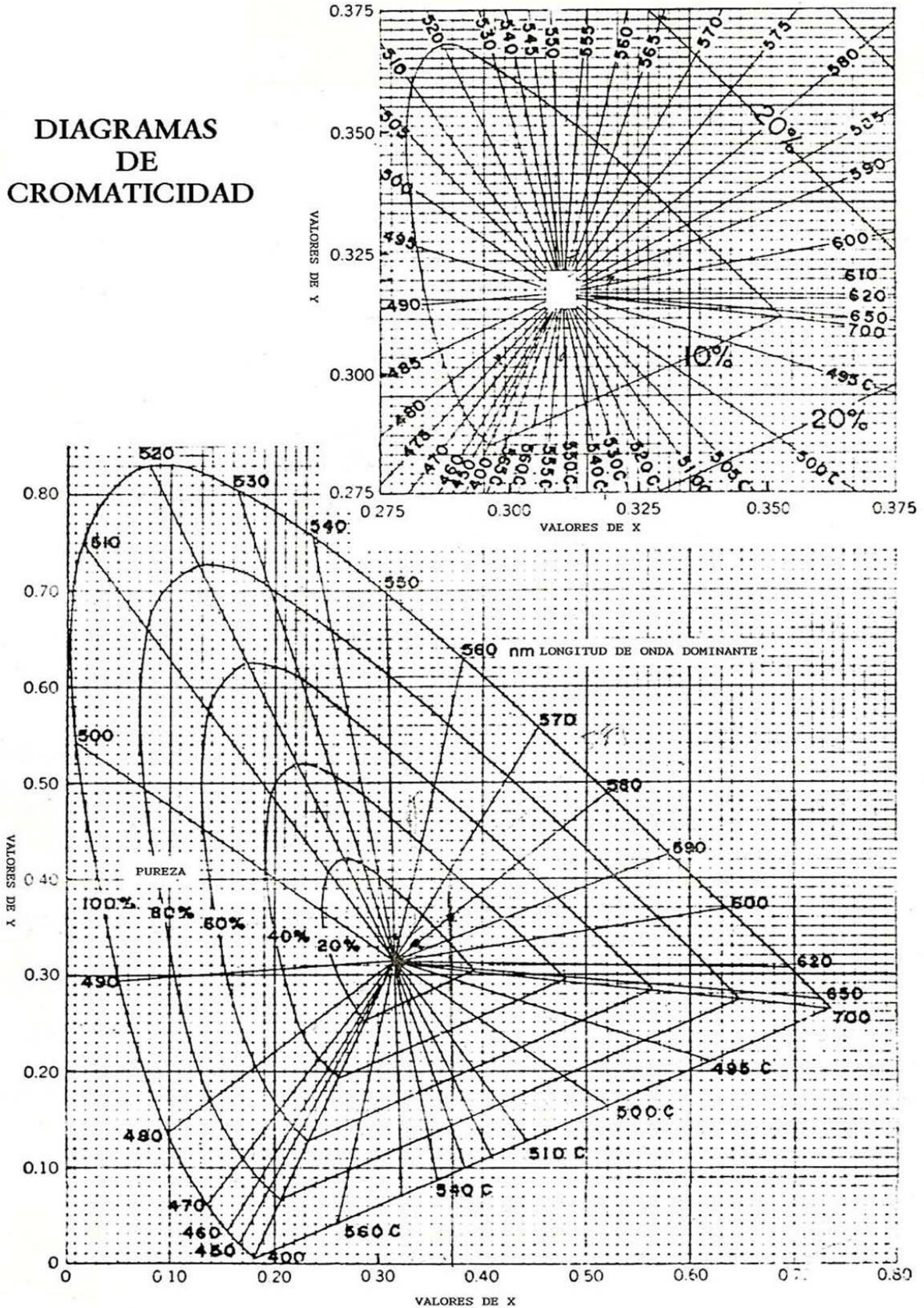
$$fY = 0.10000$$

$$fZ = 0.11814$$

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



DIAGRAMAS DE CROMATICIDAD





márgenes de la tabla siguiente:

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

Referencia: Métodos Normalizados de Análisis de Aguas Residuales

6. Resultados

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

Parámetros Físicos						
Equipo	pH	Color aparente (UC)	Color verdadero	Turbidez	Conductividad	Norma oficial que aplica

7. Conclusiones

- 7.1.....
- 7.2.....
- 7.3.....



8. Sugerencias y /o recomendaciones

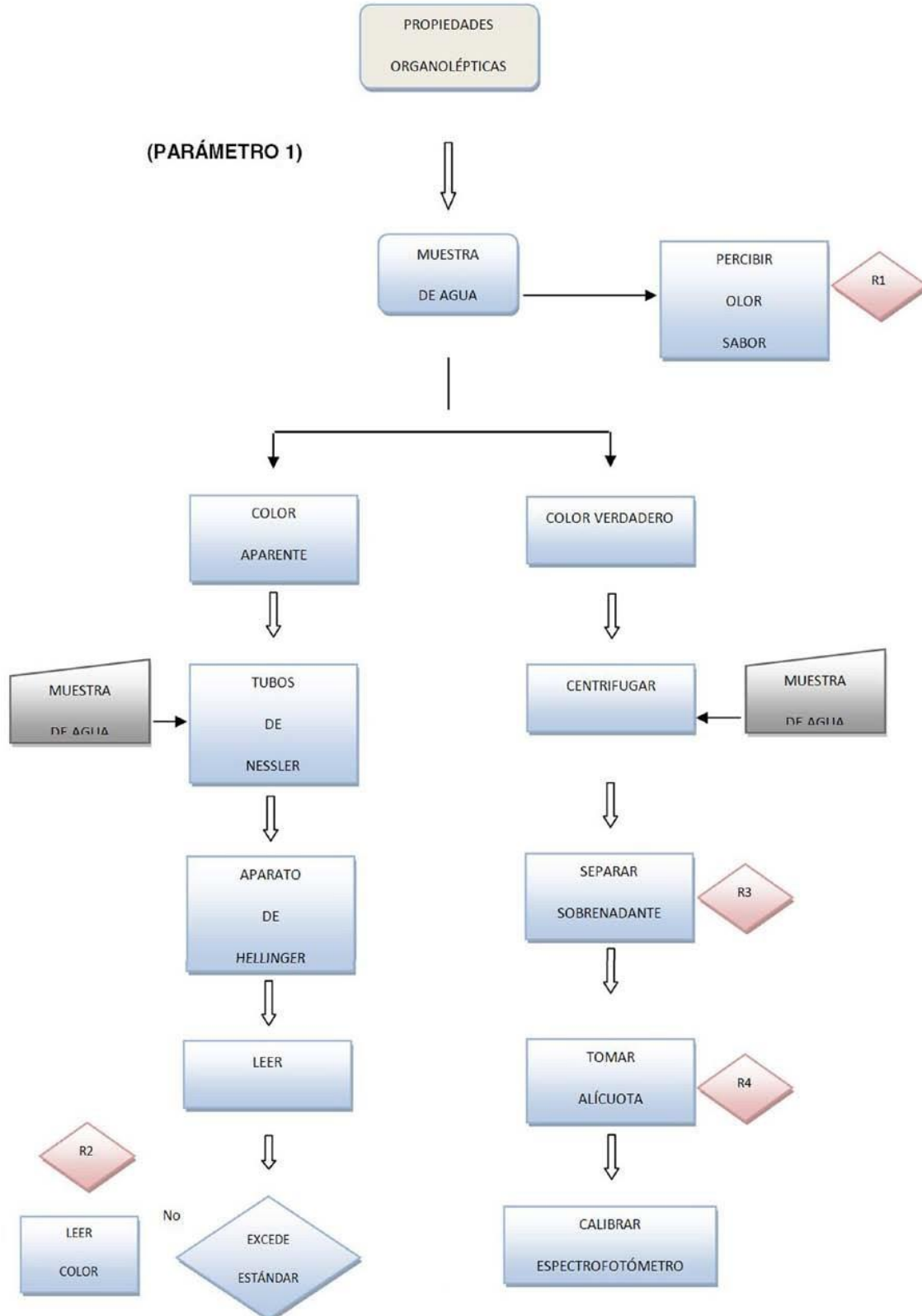
.....
.....
.....
.....

9. REPORTE DE LA PRÁCTICA

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

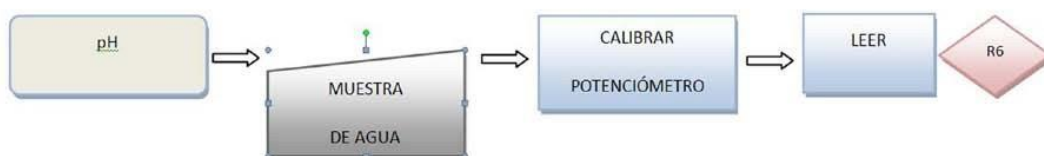


CARACTERIZACIÓN FÍSICA DE UNA MUESTRA DE AGUA

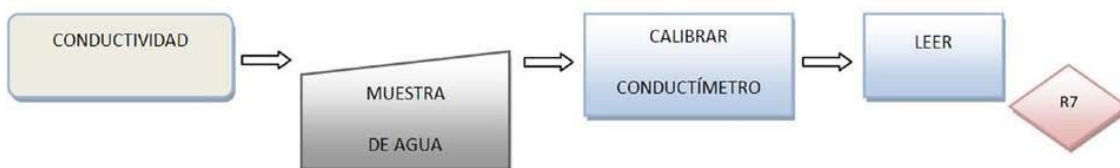




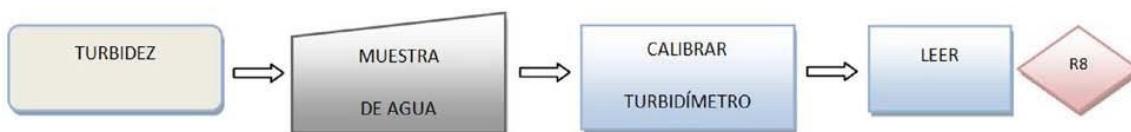
(PARÁMETRO 2)



(PARÁMETRO 3)



(PARÁMETRO 4)



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



Guía de práctica N° 2:

DUREZA, ALCALINIDAD, FOSFATOS, HIERRO TOTAL

Sección :Docente: Escribir el nombre del docente

Fecha :/...../2017 Duración: Indica. Tiempo

Instrucciones: Señalar las indicaciones necesarias que deberá tener en cuenta el estudiante para el uso del material

1. Propósito /Objetivo:

- Aplicación de equilibrios ácido-base para conocer el contenido de alcalinidad en aguas potables y residuales.
- Introducir el concepto de formación y estabilidad de complejos e ilustrar la aplicación analítica de este concepto en la determinación de concentraciones de calcio y magnesio (dureza del agua).
- Determinar la cantidad de fosfatos presentes en aguas residuales por el método colorimétrico de cloruro estañoso y evaluar mediante criterios de calidad.
- Determinar el contenido de hierro total presente en una muestra de agua residual; mediante el método colorimétrico de fenantrolina.

2. Fundamento Teórico

La alcalinidad de un agua es su capacidad para neutralizar ácidos y constituye la suma de todas las bases titulables. El valor medido puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado. La alcalinidad es la medida de una propiedad agregada del agua y solamente puede interpretarse en términos de sustancias específicas cuando se conoce la composición química de la muestra.



La alcalinidad de muchas aguas de superficie depende primordialmente del contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, por lo que suelen tomarse como una indicación de la concentración de estos componentes. Los valores determinados pueden incluir también la contribución de boratos, fosfatos, silicatos y otras bases, cuando se hallen presentes. La alcalinidad por exceso de concentración de metales alcalinotérreos, tiene importancia para la determinación de la aceptabilidad de agua para irrigación. Las determinaciones de alcalinidad se utilizan en la interpretación y control de los procesos de tratamiento de aguas limpias y residuales. Las aguas residuales domésticas tienen una alcalinidad menor (o sólo ligeramente mayor) que la del suministro.

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

En términos de dureza, las aguas pueden clasificarse así:

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

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

Existen distintas formas de dureza:

- **Dureza Total:** Mide el contenido total de iones Ca^{+2} y Mg^{+2} , se puede distinguir entre la dureza de calcio y la dureza de magnesio.
- **Dureza Temporal o Carbonatada:** Mide la dureza asociada a iones HCO_3^- , eliminable por ebullición, y es la diferencia entre la dureza total y la permanente.
- **Dureza Permanente o no Carbonatada:** Mide el contenido en iones Ca^{+2} y Mg^{+2} después de someter el agua a ebullición durante media hora, permaneciendo en el agua debido a dureza asociada a iones SO_4^{2-} , NO_3^- , OH^- .



FOSFATOS

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

Clasificación de las diferentes formas de fosfatos en aguas residuales:

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

Si se quiere determinar “polifosfatos”. Se puede proseguir con una determinación colorimétrica de los ortofosfatos, correspondiendo el contenido de fosfatos condensados a la diferencia entre los ortofosfatos hallados tras la hidrólisis ácida y los ortofosfatos medidos en la muestra no tratada.



Si se quiere determinar “fósforo total”, se debe realizar, además, una digestión capaz de oxidar la materia orgánica para liberar el fósforo como ortofosfato y poder ser determinado colorimétricamente junto con el ortofosfato procedente de los polifosfatos y con el ortofosfato existente como tal.

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

Hay tres métodos de “digestión” principales:

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

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

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

HIERRO TOTAL

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

El hierro del agua puede ocasionar manchas en la ropa de lavado y en la porcelana.



Algunas personas son capaces detectar el gusto astringente dulce-amargo a niveles por encima de 1 mg/L.

CONCEPTOS S REVISAR

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

3. Equipos, Materiales y Reactivos

- 1 Probeta de 50 ml
- 2 Pipeta graduada de 5 ml.
- 1 Bureta graduada de 50 ml.
- Soporte universal con pinza y nuez.
- 4 Matraces Erlenmeyer de 125 ml.
- 2 Vasos de precipitados de 50 ml.
- 1 Piseta.
- 1 Espátula
- 1 Propipeta
- pHmetro
- Espectrofotómetro
- Celda para espectro
- Papel filtro
- Pipetas graduadas de 1 y 2 mL
- Pipeta volumétrica 25 mL

Soluciones y Reactivos para dureza y alcalinidad

- Fenolftaleína



- Anaranjado de metilo
- Negro de Ericromo T.
- Murexida
- Acido Sulfirico H_4SO_2 0.02N
- EDTA 0.01M
- Solución para determinación de Ca^{+2} , NaOH 0.1 N
- Solución amortiguadora de NH_4Cl/ NH_4OH pH=10

Soluciones y Reactivos para fosfatos

- H_2SO_4 al 30 %
- $(NH_4)_2 S_2 O_8$
- Indicador fenolftaleína
- $(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} \cdot 4H_2O$ al 2.5%.
- $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ al 2.5%.
- Agua destilada.
- Agua residual.

Reactivos para Hierro total

- HCl concentrado
- Solución de Hidroxilamina 10%
- Solución tampón de acetato de amonio pH entre 2.9 y 3.5
- Solución de fenantrolina
- Agua residual
- Agua destilada

4. Indicaciones/instrucciones:

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

5. Procedimientos para dureza y alcalinidad:

1. Alcalinidad

- 11.** Poner muestras de 50 ml. de agua potable y 50 ml. del agua residual, por separado, en matraces Erlenmeyer de 125 ml.
- 12** Agregar unas gotas de fenolftaleína, si hay color rosa pálido.



13. Titular con H_2SO_4 0.02 N hasta que desaparezca el color. Registrar los mililitros gastados (alcalinidad a la fenolftaleína).
14. Agregar unas gotas de anaranjado de metilo.
15. Titular la solución con H_2SO_4 0.02 N hasta cambio de color (amarillo a naranja), alcalinidad total.
16. Registrar los volúmenes para ambos puntos finales.

2. Dureza Total

21. Poner muestras de 50 ml. de agua potable y 50 ml. de agua residual, por separado, en matraces Erlenmeyer de 125 ml.
22. Agregar 1 ml. de solución amortiguadora para dureza total $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}_2$, pH 10.
23. Agregar una pizca de indicador, negro de eriocromo T y titular con una solución de EDTA 0.01 M hasta cambio de color (violeta - azul).

3. Dureza de Calcio

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

6. Procedimiento para Fosfatos

1. Colocar en un vaso de precipitado de 150 ml. (enjuagado previamente con HCl), 50 ml. de agua residual (muestra bien mezclada, exenta de color y turbidez).
2. Prepárese un blanco de reactivos con agua destilada, y darle el mismo tratamiento que a la muestra de agua residual.
3. Añadir una gota de solución indicadora fenolftaleína. Si arece un color rosa pálido, añadir gota a gota, solución de H_2SO_4 al 30% hasta que empiece a decolorarse.
4. A esta solución agregar 1 mL mas de ácido sulfúrico al 30% y 0.4 g de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
5. Hervir suavemente hasta llegar al volumen aproximado de 10 mL
6. Dejar enfriar a temperatura ambiente y diluir a 30 ml. con agua destilada.
7. Agregar una gota de indicador de fenolftaleína, si la muestra vira a rosa pálido, añádase gota a gota solución H_2SO_4 al 30% hasta decoloración



8. Complétese a 100 ml. con agua destilada.
9. Añadanse, mezclando bien tras cada adición, 4 mL de reactivo de molibdato de amonio al 2.5% y 10 gotas de cloruro estañoso al 2.5%
10. Medir la absorbancia de la muestra, en un lapso de tiempo no mayor de 10 minutos, a una longitud de onda de 690 nm, utilizando un blanco de reactivos.

7. Procedimiento para Hierro total

11. Colocar 25 ml. de agua residual, bien mezclada, en un matraz Erlen- meyer de 125 ml.
12. Agregar 1 ml. de HCl concentrado y 0.5 ml. de $\text{NH}_4\text{OH}\cdot\text{HCl}$. Mezclar hasta homogenizar la solución
13. Hervir suavemente utilizando perlas de ebullición hasta reducir a un volumen aproximado de 15 ml-20 ml. Dejar enfriar.
14. Poner la muestra en un matraz aforado de 25 mL y agregar 5 mL de solución amortiguadora y 2 mL de fenantrolina. Aforar a 25 mL con agua destilada.
15. Mézclese y dejar un lapso de tiempo de 10 a 15 min. para desarrollar el color al máximo.
16. Realizar el blanco de reactivos
17. Medir el color de la solución en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 510 nm.



CALCULOS

a) Alcalinidad Total

$$CaCO_3 \text{ mg/L} = \frac{T \times N_{H_2SO_4} \times 50 \times 1000}{Vol. (muestra)}$$

Condición	Forma predominante de alcalinidad		
	[OH-]	CO_3^{-2}	HCO_3^-
$V_F = 0$	0	0	T
$V_F < V_{am}$	0	$2V_F$	$T - 2V_F$
$V_F = V_{am}$	0	$2V_F$	0
$V_F > V_{am}$	$2V_F - T$	$2(T - V_F)$	0
$V_{am} = 0$	T	0	0

V_F = volumen de titulante al punto final de la fenolftaleína, ml.

V_{am} = volumen de titulante del punto final del anaranjado de metilo.

T= volumen total de titulante del punto final de la fenolftaleína al punto final del anaranjado de metilo.

b) Dureza Total

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

c) Fosfatos

Considerando la ecuación de la curva determinar por interpolación las concentraciones de mg PO_4^{-3} /L en la muestra de agua



$$Y = mx + b$$
$$A = mC + b$$

Concentración ($\frac{mg\ PO_4^{3-}}{L}$)	Absorbancia
0	0
0.1997	0.049
0.3999	0.068
0.7989	0.112
1.1984	0.183
1.5010	0.226

d) Hierro Total

$$Y = mx + b$$
$$A = mC + b$$

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



8. Resultados

Para Alcalinidad y dureza

Muestra	Parámetros químicos mg/L CaCO ₃				Norma de Referencia
	Alcalinidad Total	Dureza Total	Dureza de Calcio	Dureza de Magnesio	
MUESTRA 1					
MUESTRA 2					

1.
.....
.....
.....
2.
.....
.....
.....
3.
.....
.....
.....

Para fosfatos

Obtener la gráfica de la curva tipo graficando A vs concentración de PO₄⁻³ en mg/L

Donde:

A = absorbancia leída a 690 nm

m = pendiente de la curva tipo

C = concentración

b = ordenada al origen



Para Hierro total

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

Donde:

A = absorbancia leída a 510 nm

m = pendiente de la curva tipo

C = concentración

b = ordenada al origen

9. Conclusiones

7.1.....
.....

7.2.....
.....

7.3.....
.....

10. Sugerencias y /o recomendaciones

.....
...
.....
...
.....
...
.....
...

9. REPORTE DE LA PRÁCTICA

Para alcalinidad y dureza

1. Reportar contenido de $\text{CO}_3^{=}$, HCO_3^- , alcalinidad total, dureza total, dureza de Ca_{+2} y dureza de Mg_{+2} .
2. Comparar valores obtenidos en el laboratorio con valores bibliográficos y hacer un análisis de los resultados.
3. ¿Qué causa la dureza en el agua?



4. Dé las reacciones que ocurren en la determinación de dureza y alcalinidad, ¿cómo se relacionan?
5. ¿Cómo se definen las diferentes formas de alcalinidad de las aguas?
6. ¿Qué interferencias se pueden presentar en la determinación?
7. ¿Qué importancia tiene la determinación?

Para fosfatos

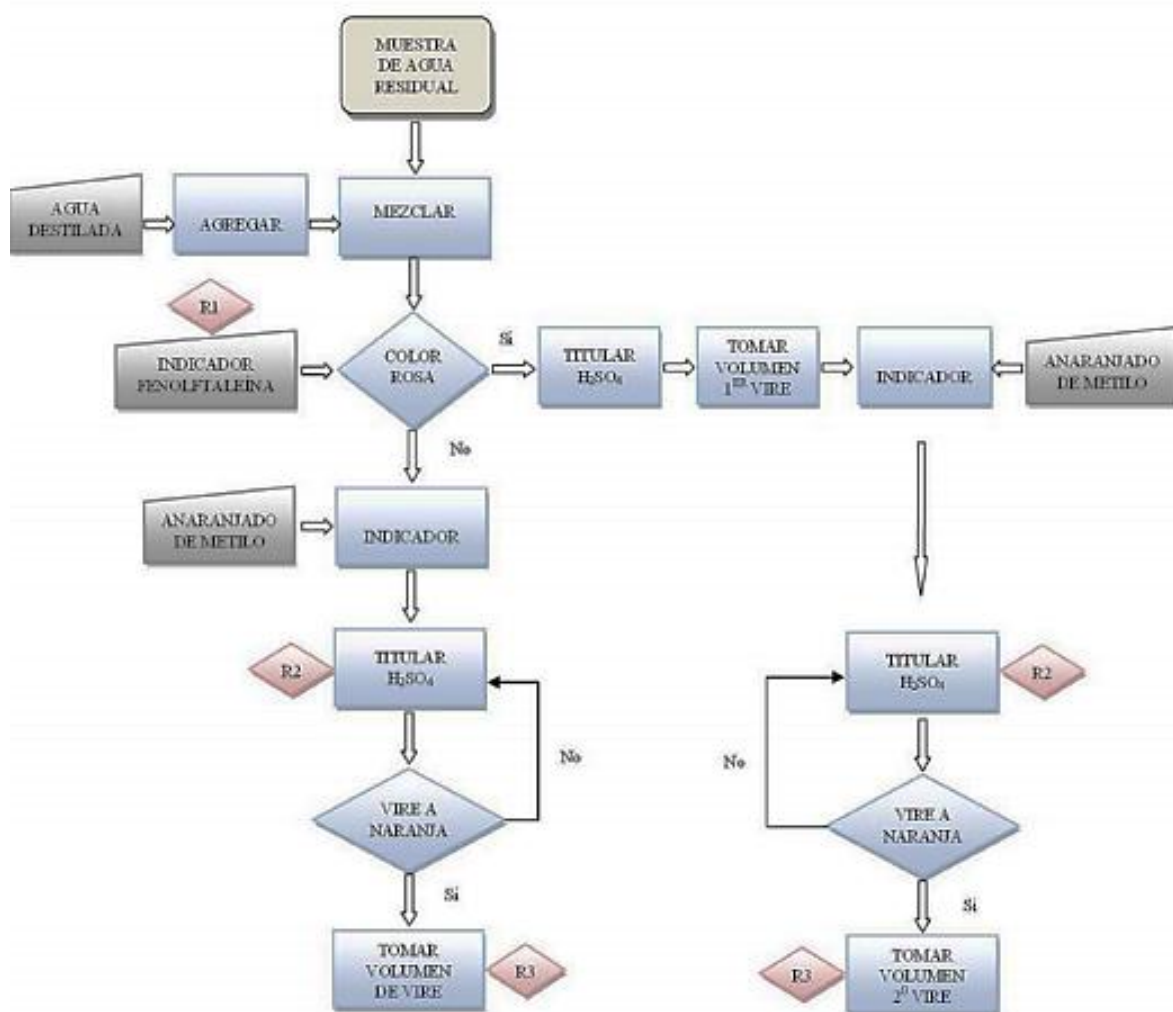
1. Obtener la concentración de $\text{mg PO}_4^{-3} / \text{L}$, hacer una comparación con lo reportado en la norma y evaluar la calidad.
2. ¿Qué importancia tiene la determinación?
3. ¿Por qué la muestra debe estar en medio ácido?
4. ¿Qué complejos se forman al agregar el molibdato?
5. Si la muestra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

Para Hierro total

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



DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD

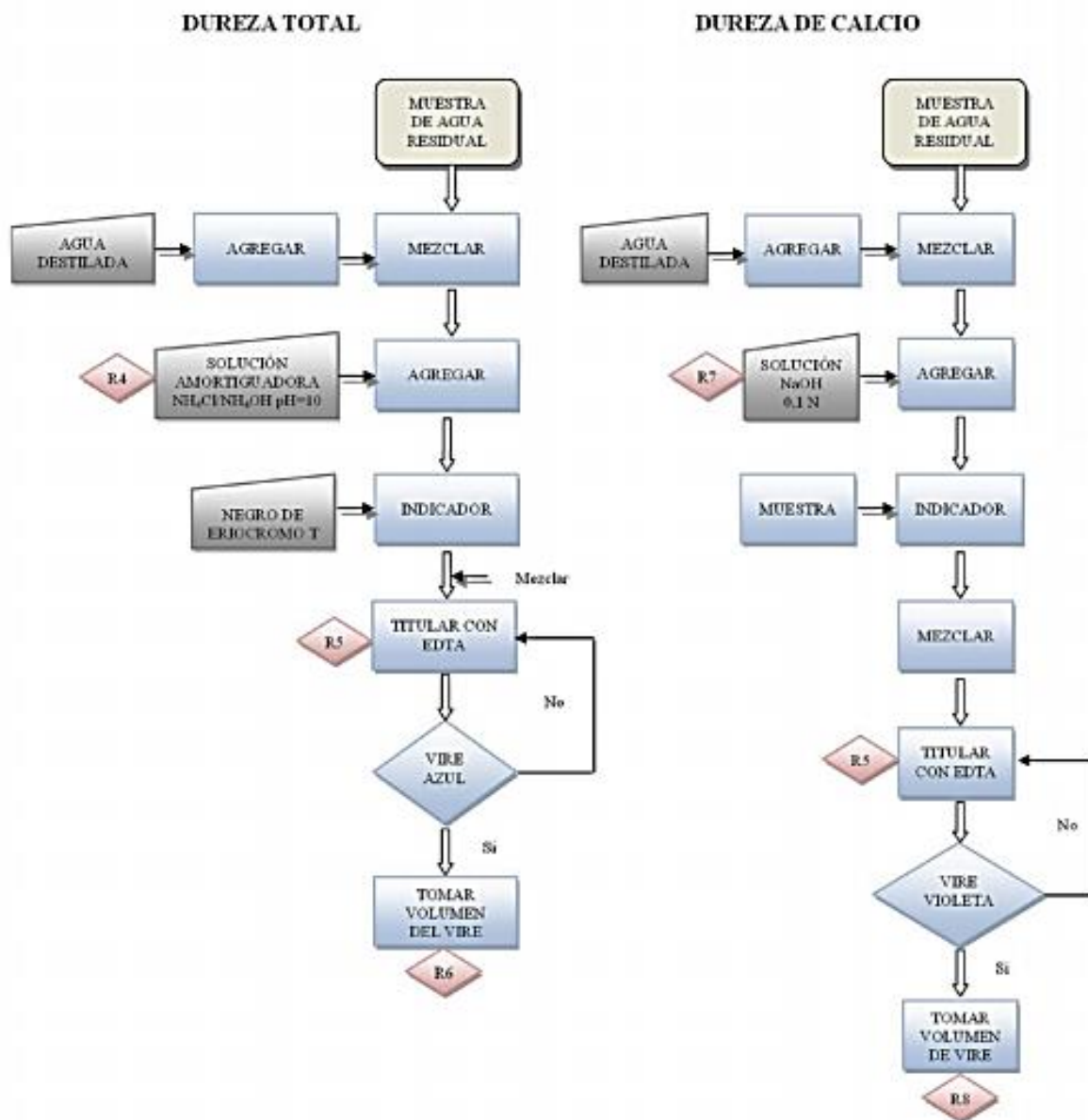


R1 y R2 = Guardar soluciones en respectivo frasco etiquetado.

R3 = Desechar en la tarja.



DETERMINACIÓN DE DUREZA



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

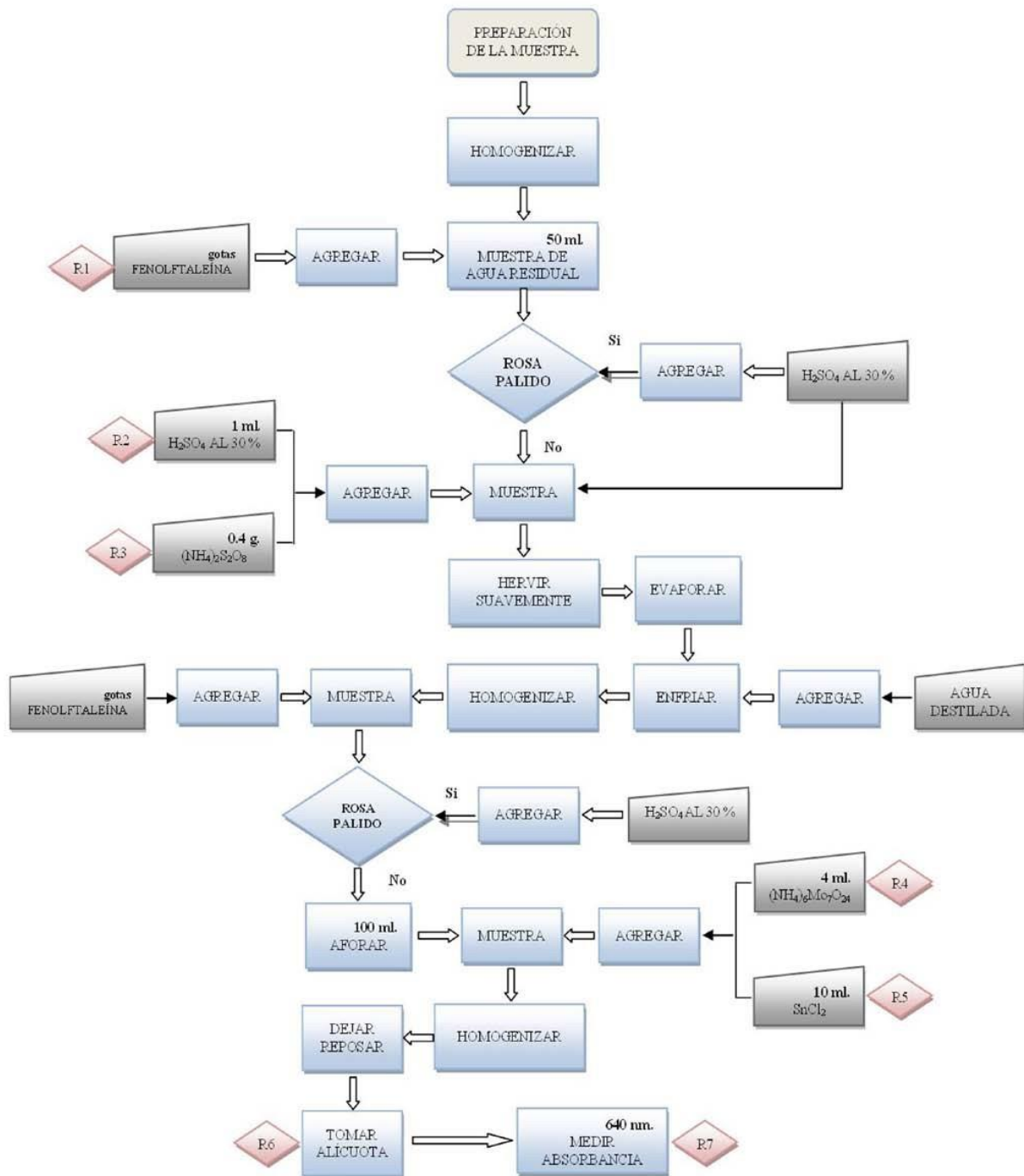
R5 = Guardar el sobrante de la solución de EDTA en frasco etiquetado.

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

R6 y R8 = Neutralizar y desechar en la tarja.

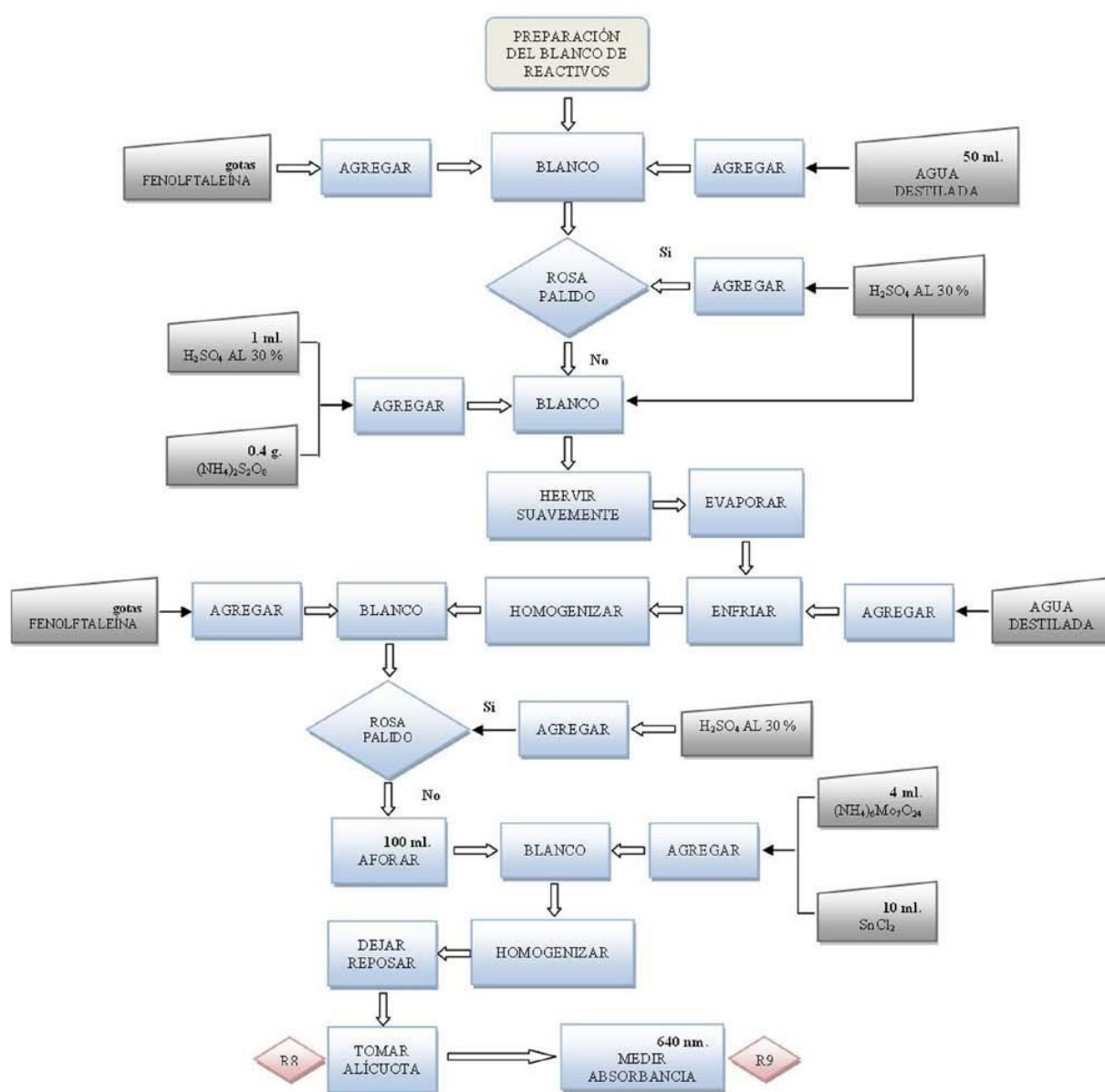


DETERMINACIÓN DE FOSFATOS





DETERMINACIÓN DE FOSFATOS (BLANCO DE REACTIVOS)

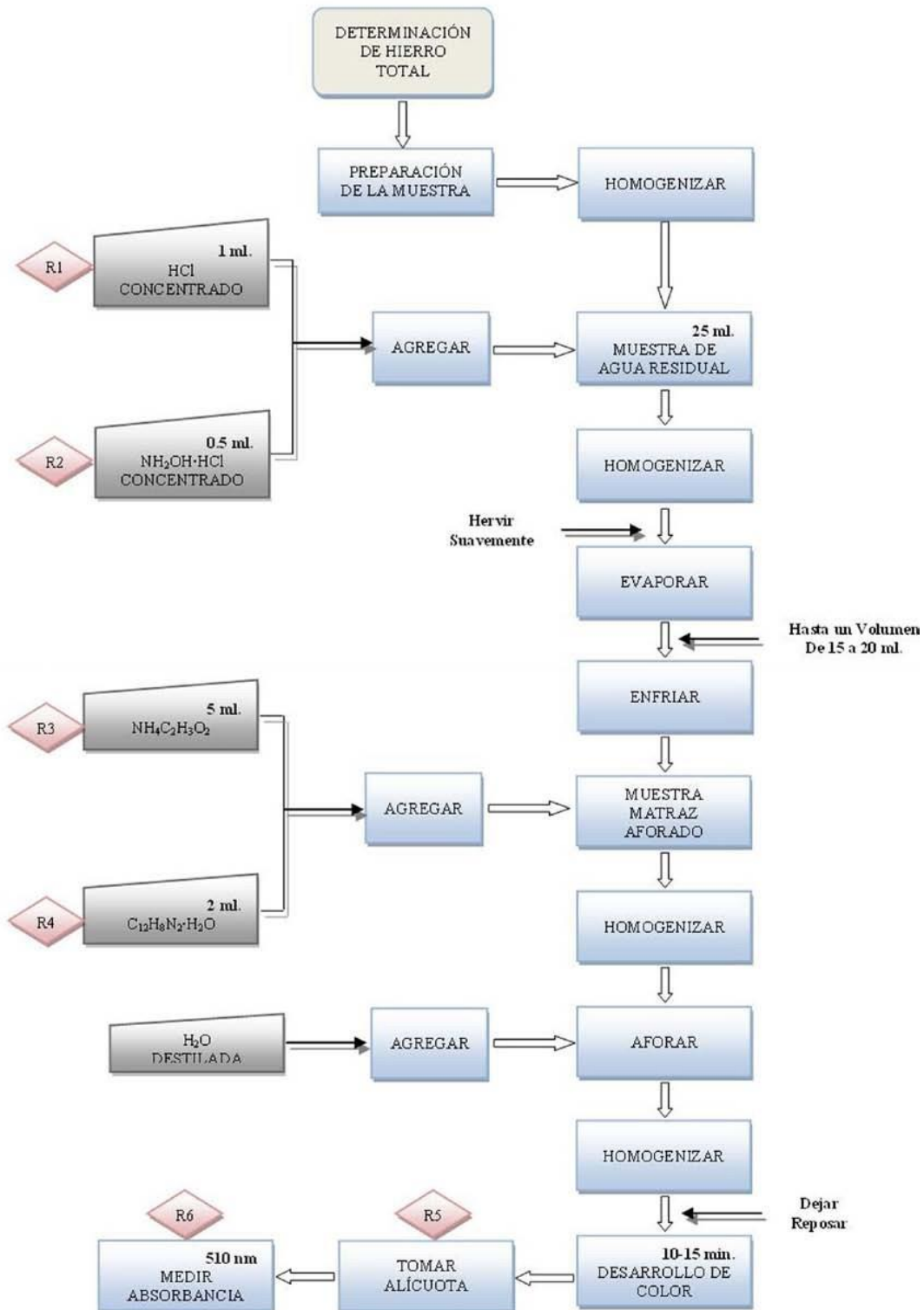


R1, R2, R3, R4 y R5 = Guardar en sus respectivos frascos etiquetados.

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



DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL



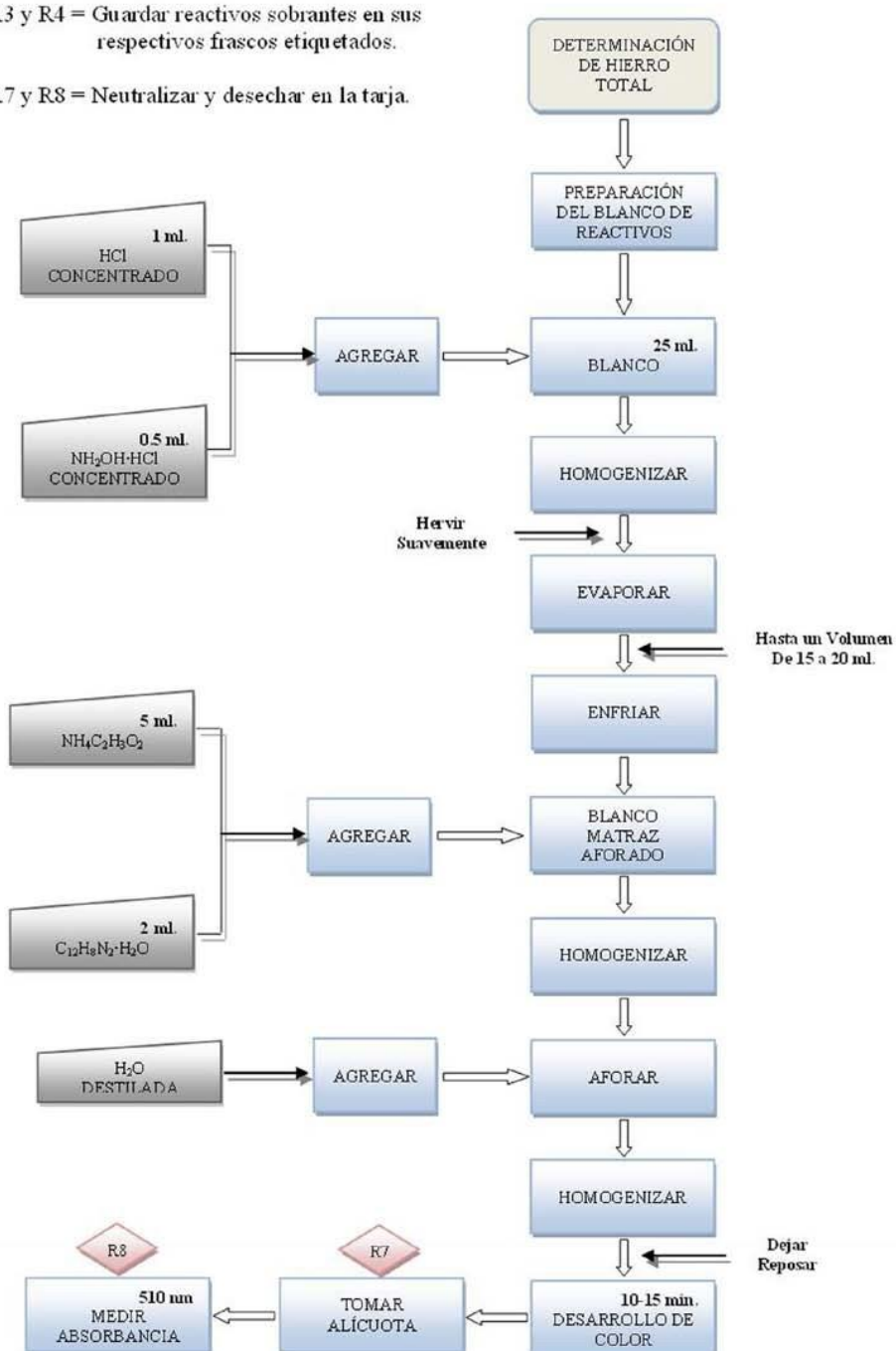


DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL

(BLANCO DE REACTIVOS)

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

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





Guía de práctica N° 3:

COAGULACIÓN Y SEDIMENTACIÓN

Sección :Docente: Escribir el nombre del docente

Fecha :/...../2017

Duración: Indica. Tiempo

Instrucciones: Señalar las indicaciones necesarias que deberá tener en cuenta el estudiante para el uso del material

1. Propósito /Objetivo (de la práctica):

- Aplicar un proceso de coagulación para remover contaminantes y partículas suspendidas en aguas residuales.
- Estudiar diferentes coagulantes, mediante Prueba de Jarras, para elegir un coagulante eficaz en función de pH y concentración.
- A partir de un análisis de sedimentación, obtener la remoción de partículas con sedimentación floculenta, de importancia para el diseño de sedimentadores primarios.

2. Introducción

La turbidez de un agua es provocada por la materia insoluble, en suspensión o dispersión coloidal. Es un fenómeno óptico que consiste en una absorción de luz combinada con un proceso de difusión. Las partículas insolubles de esta turbidez pueden ser aportadas tanto por procesos de arrastre como de remoción de tierras y también por vertidos urbanos e industriales.

La coagulación es un proceso de desestabilización química de las partículas coloidales que se producen al neutralizar las fuerzas que las mantienen separadas, por medio de la adición de los coagulantes químicos y la aplicación de la energía de mezclado. La coagulación es el tratamiento más eficaz pero también el que representa un gasto elevado cuando no está bien realizado. Es igualmente el método universal, porque



elimina una gran cantidad de sustancias de diversas naturalezas y de peso de materia que son eliminados a menor costo, en comparación con otros métodos. El proceso de coagulación mal realizado también puede conducir a una degradación rápida de la calidad del agua y representa gastos de operación no justificadas. Por lo tanto, se considera que la dosis del coagulante condiciona el funcionamiento de las unidades de decantación y que es imposible de realizar una clarificación, si la cantidad de coagulante está mal ajustada.

La coagulación permite eliminar las impurezas contenidas en el agua a través de un simple proceso de purificación previa. La coagulación transforma las sustancias emulsionadas en sustancias flotantes relativamente gruesas.

3. Fundamento Teórico

MECANISMO DE COAGULACIÓN

La desestabilización se puede obtener por los mecanismos fisicoquímicos siguientes:

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

Compresión de doble capa: Cuando se aproximan dos partículas semejantes, sus capas difusas interactúan y generan una fuerza de repulsión, cuyo potencial está en función de la distancia que las separan; y cae rápidamente con el incremento de iones de carga opuesta al de las partículas, esto se consigue sólo con los iones del coagulante.

Adsorción y neutralización de cargas: Las partículas coloidales poseen cargas negativas en sus superficies, estas cargas, llamadas primarias, atraen los iones positivos que se encuentran en solución dentro del agua y forman la primera capa adherida al coloide.

Inmersión en un precipitado: Las partículas coloidales desestabilizadas, se pueden atrapar dentro de un flóculo, cuando se adiciona una cantidad suficiente tratando de sobrepasar el coeficiente de solubilidad, para que se forme el $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$; habitualmente sales de metales trivalente como sulfato de aluminio o Cloruro férrico. El flóculo está formado de moléculas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ o de $\text{Fe}(\text{OH})_3$. La presencia de ciertos iones y de las partículas coloidales, aceleran la formación del



precipitado. Las partículas juegan el rol de anillo durante la formación del flóculo, este fenómeno puede tener una relación inversa entre la turbiedad y la cantidad de coagulante requerida.

Puente coloide: Polímero – coloide que consiste en agregar un polímero a la solución para que se formen los puentes entre polímero y coloide.

FLOCULACION

La floculación es el proceso que sigue a la coagulación; consiste en la agitación de la masa coagulada que permite el crecimiento y aglomeración de los flóculos recién formados con la finalidad de aumentar el tamaño y peso necesarios para sedimentar con facilidad.

La floculación está favorecida por el mezclado lento que permite juntar poco a poco los flóculos; un mezclado demasiado intenso los rompe y raramente se vuelven a formar en su tamaño y fuerza óptimos.

SEDIMENTACIÓN

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

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

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

Sedimentación Discreta. En esta sedimentación, las partículas sólidas mantienen su tamaño; forma densidad durante el proceso, por lo tanto la velocidad de su sedimentación es constante

Sedimentación Floculenta. Para este caso, debido a la coalescencia, el diámetro efectivo de las partículas aumenta, por lo que cambia tanto **la gravedad específica** como la velocidad de sedimentación.



Sedimentación Zonal. Este tipo de sedimentación se presenta con iodos biológicos o químicos, cuando los sólidos suspendidos exceden concentraciones de 500 mg/L.

4. Equipos, Materiales y Reactivos

- Vasos precipitados 1000 mL
- Probeta de 100 y 1000 mL
- Pipeta volumétrica 25 mL
- 2 crisoles
- Filtros de sólidos suspendidos
- Bomba al vacío
- Estufa
- Balanza analítica
- Cronometro
- Agitador de vidrio
- Pipeta graduada de 10 mL
- Potenciómetro
- turbidímetro

SOLUCIONES Y REACTIVOS

- **Coagulante**
- **Agua residual**
- **Agua desionizada de triple filtración**
- **Cal química al 10%**
- **FeCl₃ al 10%**
- **NaOH 1M**
- **Acido sulfúrico 1M**

5. Procedimientos

Para coagulación:

1. Caracterización de la muestra de agua residual: pH, Dureza, turbidez, SST y DQO (Esta última se realizará posteriormente en una sola sesión).
2. Colocar 300 ml. de agua residual en un vaso de precipitados, y con agitación adicionar la solución de coagulante al 10% de ml. en ml., hasta observar



buena formación de flóculos. Anotar la cantidad de coagulante utilizada.

- 3 **NOTA.** Si no es suficiente la alcalinidad agréguese por cada mg/L de sulfato de aluminio, 0.35 mg/L de cal hidratada dejar un vaso con agua como control.

Para determinar el pH óptimo

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

Para determinar la dosis del coagulante

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

Para Sedimentación

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



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

6. Resultados

Para Coagulación

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

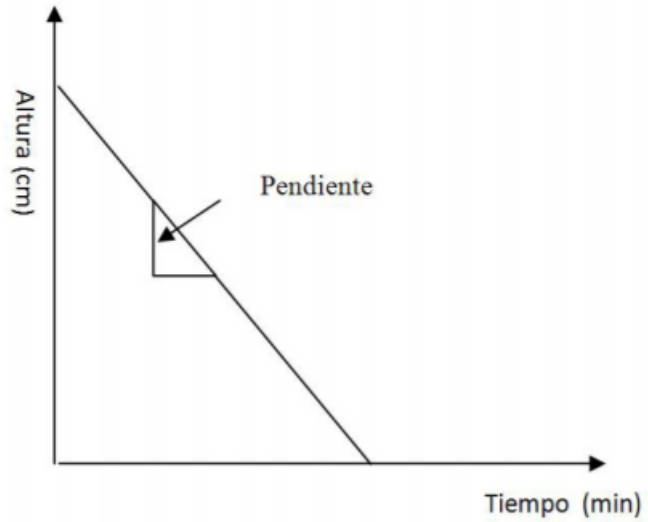
MUESTRA	Dosis de coagulante (ml) (mg/L)	Turbidez (NTU)	SST (mg/L)	Dureza (mg/L CaCO ₃)	DQO (mg/L O ₂)

Para sedimentación

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



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



1.
.....
.....
.....
2.
.....
.....
.....
3.
.....
.....
.....

7. Cálculos

Para Sedimentación:

Calcular de la siguiente forma la fracción de sólidos suspendidos totales residuales (X₀)

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

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



Para calcular la fracción y porcentaje de los sólidos totales removidos

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

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

8. Conclusiones

- 7.1.....
.....
- 7.2.....
.....
- 7.3.....
.....

9. Sugerencias y /o recomendaciones

.....
.....
.....
.....

9. Reporte De La Práctica

Para Coagulación

1. ¿Cuál es el pH y la dosis óptima de coagulante para cumplir con la norma que aplique?
2. ¿Qué importancia tiene el pH y la alcalinidad del agua para el tratamiento por coagulación?



3. ¿Qué finalidad tiene el mezclado rápido y lento?
4. De los coagulantes usados, ¿cuál recomendaría usted y por qué?

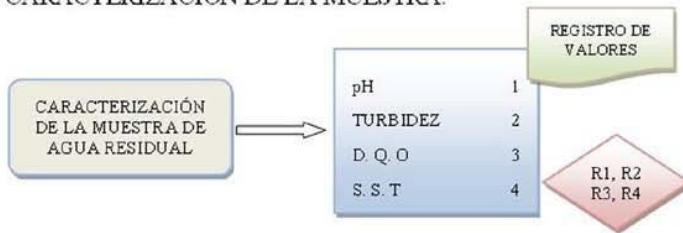
Para sedimentación

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

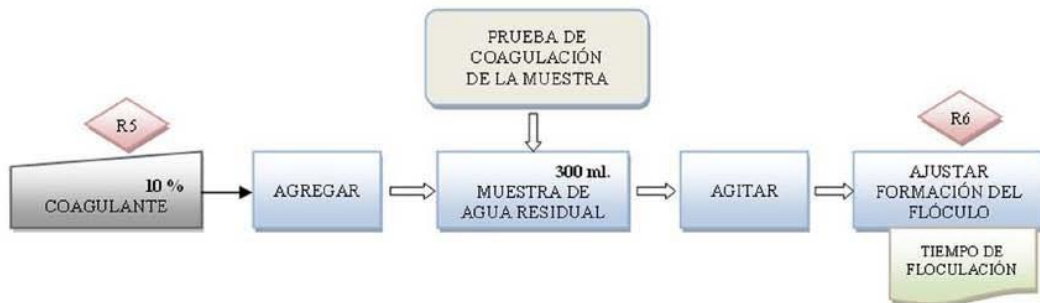


COAGULACIÓN

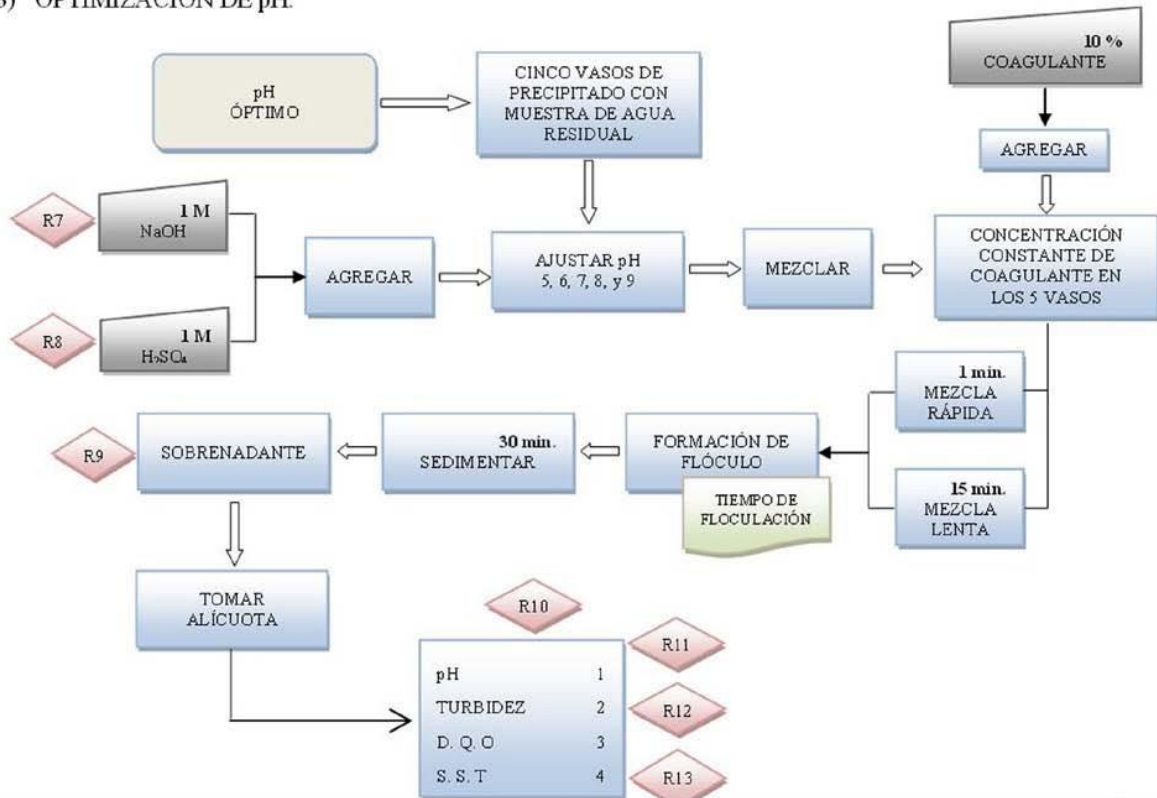
1) CARACTERIZACIÓN DE LA MUESTRA.



2) PRUEBA DE COAGULACIÓN

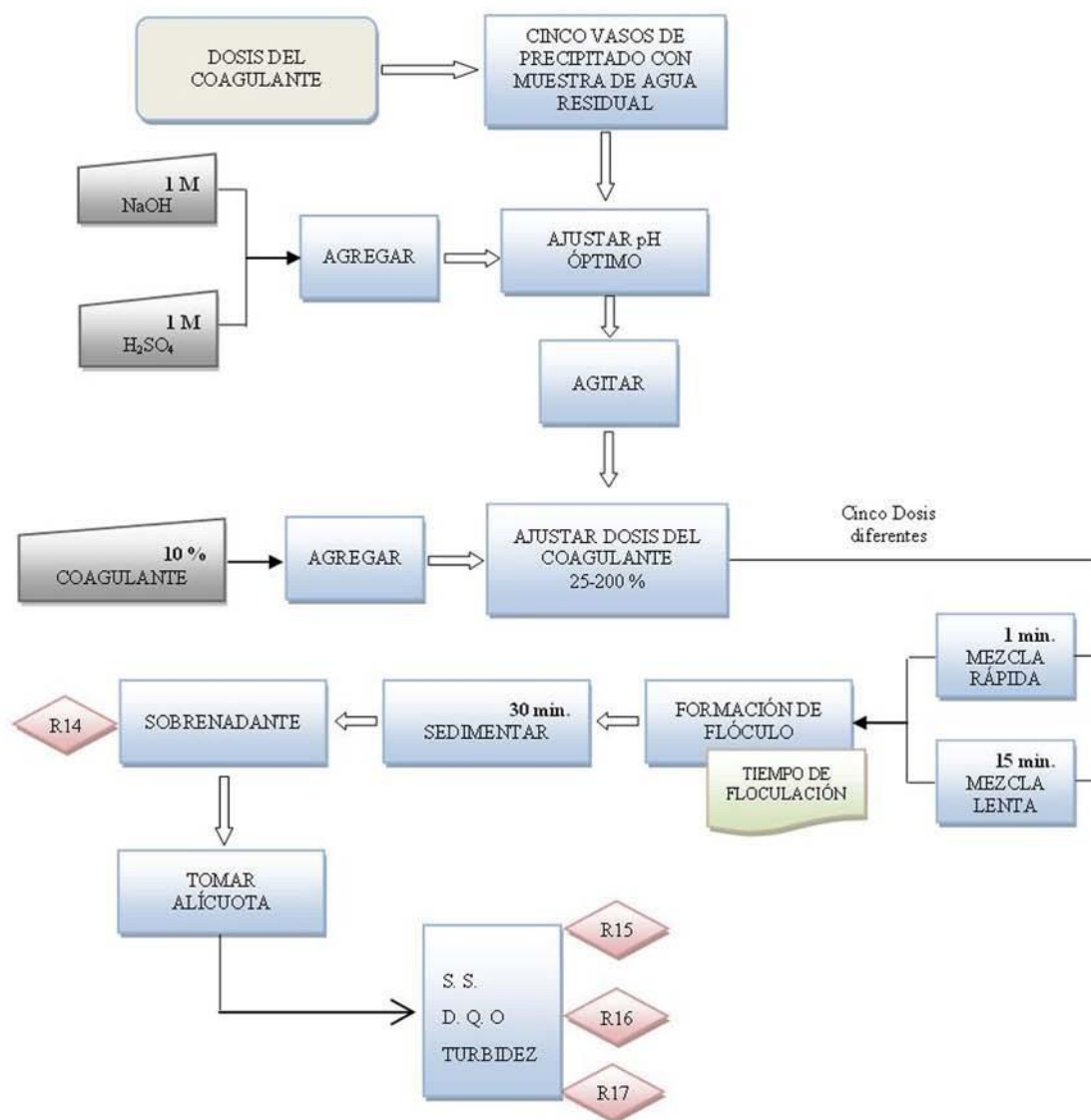


3) OPTIMIZACIÓN DE pH.





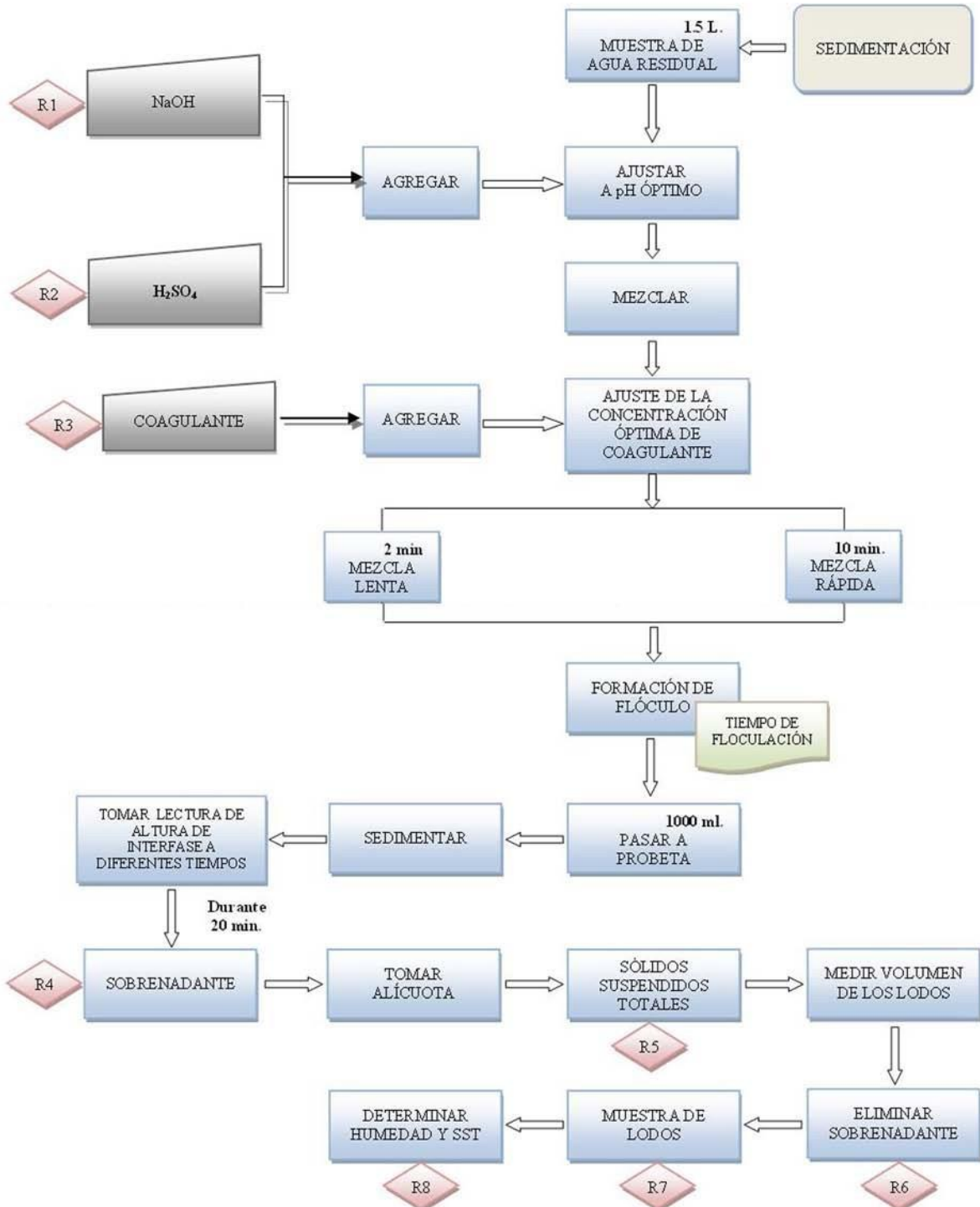
4) DOSIS DEL COAGULANTE



- R1, R2, R10, R11 y R17 = Desechar en la tarja con abundante agua.
- R3, R12 y R16 = Guardar en frascos etiquetados para su confinamiento.
- R4, R13 y R15 = Desechar a la basura.
- R5, R7 y R8 = Guardar en sus respectivos frascos etiquetados.
- R6, R9 y R14 = Neutralizar y desechar en la tarja.



SEDIMENTACIÓN



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

R4 y R6 = Neutralizar y desechar en la tarja.

R5, R7 y R8 = Desechar a la basura.