

**MANUAL
DE
PROCEDIMIENTOS
P.I.T.A.R
LABORATORIO
DE AGUA RESIDUAL**

DETERMINACION DE: SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES SOLIDOS SUSPENDIDOS VOLATILES

IMPORTANCIA SANITARIA :

LOS SOLIDOS PUEDEN AFECTAR NEGATIVAMENTE A LA CALIDAD DEL AGUA O A SU SUMINISTRO DE VARIAS MANERAS. LOS ANALISIS DE SOLIDOS SON IMPORTANTES EN EL CONTROL DE PROCESOS DE TRATAMIENTO BIOLOGICO Y FISICO DE AGUAS RESIDUALES, Y PARA EVALUAR EL CUMPLIMIENTO DE LAS LIMITACIONES QUE REGULAN SU VERTIDO.

FUNDAMENTO :

LOS METODOS SE BASAN EN LA EVAPORACION Y CALCINACION DE LA MUESTRA, EN DONDE LOS RESIDUOS DE OTRA OPERACIÓN SIRVEN PARA EL CALCULO CONTENIDO DE SOLIDOS.

PROCEDIMIENTO :

A) SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES Y SOLIDOS SUSPENDIDOS VOLATILES

1.- 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.

2.- LLEVAR EL CRISOL A MASA CONSTANTE EN LA MUFLA A UNA TEMPERATURA DE (550 °C +- 25 °C) DURANTE 15 A 20 MINUTOS. SACAR EL CRISOL, DEJAR ENFRIAR A TEMP. AMBIENTE POR 5 MIN.,SEGUIR ENFRIANDO EN DESECADOR 15-20 MIN.,MARQUE EL CRISOL CON LAPIZ Y DETERMINAR SU MASA. (PESO No. 1)

3.-COLOCAR EL CRISOL CON EL DISCO EN EL APARATO DE FILTRACION Y AGREGAR UNA PEQUEÑA CANTIDAD DE AGUA DESTILADA Y APLICAR VACIO.

4.-MEDIR EN UNA PROBETA O PIPETA VOLUMETRICA SEGÚN PROCEDA, UN VOLUMEN ADECUADO DE LA CANTIDAD SELECCIONADA DE MUESTRA PREVIAMENTE HOMOGENEIZADA LA CUAL DEPENDE DE LA CONCENTRACION ESPERADA DE SOLIDOS SUSPENDIDOS.

5.-FILTRAR LA MUESTRA A TRAVES DEL DISCO Y AUN APLICANDO VACIO, LAVAR EL DISCO CON AGUA DESTILADA, DEJANDO QUE EL AGUA DRENE TOTALMENTE .

6.-SUSPENDER EL VACIO Y SECAR EL CRISOL EN LA ESTUFA A UNA TEMPERATURA DE (103 A 105 °C) DURANTE UNA HORA. SACAR EL CRISOL, DEJAR ENFRIAR POR 15 A 20 MINUTOS EN UN DESECADOR A TEMPERATURA AMBIENTE Y DETERMINA SU MASA.(PESO No. 2).

7.- EL CRISOL CONTENIENDO EL RESIDUO Y EL DISCO SE INTRODUCEN A LA MUFLA A UNA TEMPERATURA DE (550 +- 25 °C) DURANTE 15 A 20 MINUTOS. SACAR EL CRISOL, DEJAR ENFRIAR POR 5 MIN. A TEMP. AMBIENTE, SEGUIR ENFRIANDO EN DESECADOR POR 20 MIN. Y DETERMINAR SU MASA. PESO No. 3

8.- CALCULOS :

$$\text{SST (mg/L) } = (\text{PESO No. 2} - \text{PESO No. 1} / \text{V}) (1000 \text{ ml})$$

SST = SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES

PESO No. 1 = MASA DEL CRISOL CON EL DISCO, EN mg

PESO No. 2 = MASA DEL CRISOL CON EL RESIDUO, EN mg

V = VOLUMEN DE LA MUESTRA EN ml

$$\text{SSV (mg/L) } = (\text{PESO No. 2} - \text{PESO No. 3} / \text{V}) (1000)$$

SSV = SOLIDOS SUSPENDIDOS VOLATILES

PESO No. 2 = MASA DEL CRISOL CON EL RESIDUO, EN mg

PESO No. 3 = MASA DEL CRISOL DESPUES DE LA CALCINACION, EN mg

V = VOLUMEN DE MUESTRA EN ml

DETERMINACION DE LA D.B.05

FUNDAMENTO: EL METODO SE BASA EN MEDIR LA CANTIDAD DE OXIGENO QUE REQUIEREN LOS MICROORGANISMOS PARA EFECTUAR LA OXIDACION DE LA MATERIA ORGANICA PRESENTE EN AGUAS NATURALES Y RESIDUALES Y SE DETERMINA POR LA DIFERENCIA ENTRE EL OXIGENO DISUELTO INICIAL Y EL OXIGENO DISUELTO AL CABO DE CINCO DIAS DE INCUBACION A 20 ° C .

REACTIVOS Y PREPARACION DE SOLUCIONES :

1.-SOLUCION DE SULFATO MANGANOSO.- DISOLVER EN AGUA 480 g DE $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ o 400g DE $MnSO_4 \cdot 2H_2O$ o 364g DE $MnSO_4 \cdot H_2O$, FILTRAR Y AFORAR A UN LITRO. ESTA SOLUCION DEBE USARSE SIEMPRE Y CUANDO NO DE COLOR AL ADICIONARLE UNA SOLUCION ACIDA DE YODURO DE POTASIO EN PRESENCIA DE ALMIDON.

2.-SOLUCION ALCALI-YODURO-AZIDA DE SODIO.- (TAMBIEN SE LLAMA ALCALI YODURO-NITRURO). DISOLVER EN AGUA 500 g DE NaOH Y 135g DE NaI, o 700 g DE KOH Y 150 g DE KI, DILUIR A UN LITRO CON AGUA DESTILADA. A ESTA SOLUCION AGREGARLE 10 g DE NaN_3 DISUELTOS EN 40 ml DE AGUA. ESTA SOLUCION NO DEBE DAR COLOR CON LA SOLUCION DE ALMIDON CUANDO SE DILUYA Y ACIDIFIQUE.

3.-SOLUCION INDICADORA DE ALMIDON.- DISOLVER EN UN LITRO DE AGUA DESTILADA CALIENTE, 20 g DE ALMIDON SOLUBLE. AGREGAR 10 GOTAS DE TOLUENO Y MANTENER EN REFRIGERACION SIEMPRE QUE NO ESTE EN USO.

4.-SOLUCION ESTANDAR DE TIOSULFATO DE SODIO 0.025 N.- DISOLVER 6.205g DE $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$ EN AGUA DESTILADA Y AFORAR A UN LITRO , AGREGAR 5 ml DE CLOROFORMO O UN GRAMO DE NaOH EN LENTEJAS O 1.5 ml DE HIDROXIDO DE SODIO 6 N. UN MILILITRO DE LA SOLUCION VALORADA DE TIOSULFATO 0.025 N ES EQUIVALENTE A 1 mg DE OXIGENO DISUELTO. SE PUEDE CALCULAR LA CONCENTRACION DE ESTA SOLUCION CON UNA SOLUCION DE BIYODATO DE POTASIO 0.0021 M O USANDO UNA SOLUCION DE DICROMATO DE POTASIO 0.025 N, USANDO LA SOLUCION DE ALMIDON COMO INDICADOR.

PARA PREPARAR LA SOLUCION DE BIYODATO, DISOLVER 812.4 mg DE $KH(IO_3)_2$ Y LLEVAR A UN LITRO CON AGUA DESTILADA; PARA HACER LA SOLUCION DE DICROMATO DE POTASIO, PESAR 1.226 g DE DICROMATO PREVIAMENTE SECADO A 105 ° C DURANTE 2 HORAS, Y AFORAR A UN LITRO CON AGUA DESTILADA.

ESTANDARIZACION:

EN UN MATRAZ ERLLENMEYER, DISOLVER 1 g DE YODURO DE POTASIO (KI) EXENTO DE YODATO EN 60 ml DE AGUA DESTILADA. AGREGAR 0.5 ml DE ACIDO SULFURICO CONCENTRADO (H_2SO_4) Y 10 ml DE LA SOLUCION DE DICROMATO DE POTASIO (O DE BIYODATO DE POTASIO) ; DILUIR A 100 ml CON AGUA Y VALORAR EL YODO CON LA SOLUCION DE TIOSULFATO, AGREGANDO EL ALMIDON HASTA EL FINAL DE LA DETERMINACION, CUANDO SE ALCANCE UN COLOR PAJA PALIDO. ES CONVENIENTE QUE LA SOLUCION DE TIOSULFATO SEA EXACTAMENTE 0.025 N.

$$N \text{ TIOSULFATO} = K_2Cr_2O_7(N K_2Cr_2O_7) / \text{ml GASTADOS TIOSULFATO}$$

5.-SOLUCION AMORTIGUADORA DE FOSFATOS.- DISOLVER EN 500 ml DE AGUA 8.5 g DE FOSFATO MONOBASICO DE POTASIO (KH_2PO_4), 33.4 g DE FOSFATO DIBASICO DE SODIO HEPTAHIDRATADO ($Na_2HPO_4 \cdot 7 H_2O$), 21.75 g DE FOSFATO DIBASICO DE POTASIO (K_2HPO_4) Y 1.7 g DE CLORURO DE AMONIO (NH_4Cl) Y AFORAR A UN LITRO; EL pH DE ESTA SOLUCION AMORTIGUADORA SEN AJUSTE DEBE SER 7.2.

6.-SOLUCION DE SULFATO DE MAGNESIO.- DISOLVER EN AGUA 22.5 g DE SULFATO DE MAGNESIO HEPTAHIDRATADO ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) Y DILUIR A UN LITRO.

7.-SOLUCION DE CLORURO DE CALCIO.- DISOLVER EN AGUA 27.5 g DE CLORURO DE CALCIO ($CaCl_2$) Y DILUIR A UN LITRO.

8.-SOLUCION DE CLORURO FERRICO.- DISOLVER EN AGUA 0.25 g DE CLORURO FERRICO HEXAHIDRATADO ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) Y DILUIR A UN LITRO.

9.-SOLUCION DE SULFITO DE SODIO.- DISOLVER 1.575 g DE SULFITO DE SODIO (Na_2SO_3) EN UN LITRO DE AGUA DESTILADA. PREPARAR DIARIAMENTE POR QUE NO ES ESTABLE.

10.-SOLUCION DE GLUCOSA- ACIDO GLUTAMICO.- DISOLVER EN AGUA 150 mg DE CADA UNO DE LOS DOS REACTIVOS PREVIAMENTE SECADOS A 103 °C DURANTE UNA HORA, Y DILUYASE A 1 LITRO. PREPARESE SIEMPRE ANTES DE USARLA.

11.-AGUA DE DILUCION .- AÑADIR A CADA LITRO DE AGUA : 1 ml DE SOLUCION AMORTIGUADORA DE FOSFATOS, 1 ml DE SOLUCION DE SULFATO DE MAGNESIO, 1 ml DE SOLUCION DE CLORURO FERRICO Y 1 ml DE SOLUCION DE CLORURO DE CALCIO, AIREAR HASTA COMPLETAR SATURACION. PREPARAR EL AGUA DE DILUCION DIARIAMENTE. TOME EN CUENTA EL NUMERO DE MUESTRAS A ANALIZAR PARA PREPARAR LA CANTIDAD NECESARIA DE AGUA DE DILUCION. CALCULE LA CANTIDAD DE AGUA DE DILUCION POR MUESTRA, CON UN MINIMO DE TRES DILUCIONES POR MUESTRA O POR DUPLICADO EN EL CASO DE MUESTRAS YA CONOCIDAS.

PROCEDIMIENTO :

1.-EN EL CASO DE MUESTRAS COMPUESTAS, DETECTAR EL CLORO RESIDUAL ANTES DE LA RESIEMBRA, COMO SIGUE:

- A) MEDIR 100 ml DE MUESTRA EN UN MATRAZ ERLLENMEYER DE 250 ml.
- A) AGREGAR UNOS CRISTALES DE KI A LA MUESTRA NEUTRALIZADA Y DISOLVERLOS.
- B) AÑADIR 1 ml DE ACIDO SULFURICO CONCENTRADO Y MEZCLAR BIEN. FINALMENTE, ADICIONAR UNAS GOTAS DE INDICADOR DE ALMIDON. SI NO SE PRODUCE COLOR, TITULE 100 ml DE MUESTRA COMPUESTA NEUTRALIZADA CON SOLUCION DE SULFITO DE SODIO 0.025 N HASTA EL PUNTO FINAL ENTRE LA ULTIMA TRAZA DE COLOR AZUL Y EL TONO INCOLORO. REALICE LA TITULACION MUY LENTAMENTE, CONTANDO EL NUMERO DE GOTAS DE SULFITO DE SODIO 0.025 N USADO Y ANOTE EL NUMERO.
- C) PARA DESCLORAR UNA MUESTRA PARA ANALISIS DE DBO, MIDA OTRA PORCION DE 100 ml MUESTRA COMPUESTA NEUTRALIZADA EN UN MATRAZ LIMPIO Y AGREGUE (n) GOTAS DE SULFITO DE SODIO, MEZCLE BIEN Y DETERMINE LA DBO.
- D) EN CASO DE NECESITAR MAS MUESTRA, DESCLORE UN VOLUMEN MAYOR DE ELLA USANDO UN NUMERO PROPORCIONAL DE GOTAS DE SULFITO 0.025 N.

2.- COLOCAR 100 ml DE MUESTRA DEL EFLUENTE A UNA BOTELLA DE WINKLER, AÑADIR 6 ml DE INOCULO Y LLENAR LA BOTELLA CON AGUA DE DILUCION SIN FORMAR BURBUJAS HASTA EL TOPE, TAPAR BOTELLA. (HACERLO POR DUPLICADO).UNA BOTELLA INCUBARLA POR 5 DIAS A 20 °C Y LA OTRA DETERMINARLE OXIGENO DISUELTO (O.D. INICIAL) REPORTAR EN BITACORA. NOTA: LA CANTIDAD DE MUESTRA PUEDE VARIAR.

3.- COLOCAR 10 ml DE MUESTRA DEL INFLUENTE A UNA BOTELLA DE WINKLER, AÑADIR 2 ml DE INOCULO LLENAR LA BOTELLA CON AGUA DE DILUCION SIN FORMAR BURBUJAS HASTA EL TOPE, TAPAR BOTELLA. (HACERLO POR DUPLICADO).UNA BOTELLA INCUBARLA POR 5 DIAS A 20 °C Y LA OTRA DETERMINARLE OXIGENO DISUELTO (O.D. INICIAL) REPORTAR EN BITACORA.

4.- A OTRAS DOS BOTELLAS AGREGAR 12ml DE INOCULO Y LLENAR HASTA EL TOPE CON AGUA DE DILUCION (BLANCO). UNA BOTELLA INCUBARLA POR 5 DIAS A 20 °C Y LA OTRA DETERMINARLE OXIGENO DISUELTO (O.D. INICIAL) REPORTAR EN BITACORA.

5.- ES NECESARIO COMPROBAR PERIODICAMENTE LA CALIDAD DEL AGUA DE DILUCION, LA EFECTIVIDAD DEL INOCULO Y LA TECNICA ANALITICA MEDIANTE DETERMINACIONES DE DBO UTILIZANDO LA SOLUCION DE GLUCOSA-ACIDO GLUTAMICO. DETERMINESE LA DBO DE UNA DISOLUCION AL 2% DE LA SOLUCION CONTROL. EL RESULTADO DEBE ESTAR DENTRO DEL RANGO DE 198 +- 30.5 mg/l, EN CASO CONTRARIO VUELVA A EVALUAR E INVESTIGUE LA FUENTE PROBLEMA.

DETERMINACION DEL OXIGENO DISUELTO PROCEDIMIENTO

A) PARA FIJAR EL OXIGENO, ADICIONAR A LA BOTELLA DE DBO DE WINKLER QUE CONTIENE LA MUESTRA 2 ml DE SULFATO MANGANOSO CON UNA PIPETA GRADUADA, CUIDANDO QUE LA PUNTA DE LA MISMA PENETRE APROXIMADAMENTE 0.5 cm EN EL SENO DEL AGUA.

B) AGREGAR 2 ml DEL REACTIVO ALCALI-YODURO-AZIDA, EN LA MISMA FORMA QUE EL REACTIVO ANTERIOR.

C) TAPAR LA BOTELLA DE DBO (EVITAR BURBUJA) Y AGITAR VIGOROSAMENTE Y DEJAR SEDIMENTAR EL PRECIPITADO (AL MENOS A LA MITAD DEL FRASCO).

D) AÑADIR 2 ml DE ACIDO SULFURICO CONCENTRADO, VOLVER A TAPAR Y MEZCLAR POR INVERSION HASTA COMPLETA DISOLUCION DEL PRECIPITADO.

E) TITULAR 100 ml DE LA MUESTRA CON LA SOLUCION DE TIOSULFATO 0.025 M AGREGANDO EL ALMIDON HACIA EL FINAL DE LA TITULACION, CUANDO SE ALCANCE UN COLOR PAJA PALIDO. CONTINUAR HASTA LA PRIMERA DESAPARICION DEL COLOR AZUL.

CALCULOS :

$$\text{DBO5 (mg/l)} = \text{O.D. onicial} - \text{O.D. final} / \% \text{ dilucion}$$

$$\% \text{ DILUCION} = 300 / \text{ml MTA}$$