

ÍNDICE

RESUMEN.....	3
INTRODUCCION.....	4
DEFINICIONES.....	6
OBJETIVOS.....	9
MATERIAL Y METODOS.....	10
LINEA DE MUESTRAS.....	11
Diagrama de flujo de muestras.....	12
Toma de muestras.....	13
Recepción y registro de muestras.....	15
Procedimientos prácticos en le laboratorio.....	15
Registro y envío de resultados al cliente.....	16
Conservación y eliminación de muestras.....	16
ANALITICAS.....	17
Determinación de aceite y grasa.....	18
Determinación de sólidos en suspensión.....	25
Determinación de sólidos totales o residuo total.....	29
Determinación de Sólidos volátiles.....	32
Determinación de pH.....	34
Determinación de conductividad.....	36
Determinación de turbidez.....	38
Determinación de DQO.....	40
Determinación de fósforo total.....	44
Determinación de amonio y nitrógeno amoniacal.....	48
ENSAYO DE TRATABILIDAD DE AGUAS Y FANGOS.....	51
Tratamiento físico-químico.....	52
Preparación de diluciones.....	56
Coagulante y coadyuvante.....	56
Floculante (polielectrolito).....	58
Ensayos a escala laboratorio.....	61
Método “Jar-Test”.....	61
Método “Trasvase”.....	66
OBSERVACION MACROSCOPICA Y MICROSCOPICA DE FANGOS ACTIVADOS.....	70
Tratamiento biológico.....	71
Observación de Fangos Activados.....	72
Observación macroscopica.....	72

Observación microscópica.....	74
Bacterias.....	76
Protozoos.....	78
Metazoos	82
CONCLUSIONES.....	84
ANEXOS.....	85
Anexo 1. Solicitud de Petición de Analíticas.....	86
Anexo 2. Solicitud de Petición de Tratabilidades.....	87
Anexo 3. Registro de Control de Muestras Recibidas.....	88
Anexo 4. Registro de Control de Analíticas.....	89
Anexo 5. Registro de Control de Tratabilidades.....	90
Anexo 6. Parte Diario de Analíticas.....	91
Anexo 7. Ficha de Analíticas.....	92
Anexo 8. Ficha de Flora.....	93
Anexo 9. Ficha de Tratabilidad de Aguas.....	94
Anexo 10. Ficha de Tratabilidad de Fangos.....	95
ICONOGRAFIA.....	96
BIBLIOGRAFIA.....	100
AGRADECIMIENTOS.....	101

RESUMEN

Este proyecto esta enfocado a explicar las distintas actividades que se desarrolla en un Laboratorio Físico-Químico de Aguas Residuales Industriales.

El contenido esta dividido en 4 partes:

- En un primer lugar, con el titulo de ***LINEA DE MUESTRAS***, se describe todo el camino que recorren las muestras desde que son tomadas en las industrias hasta su eliminación en el laboratorio, incluyendo todo el material y documentos necesarios.
- En segundo lugar, con el titulo de ***ANALITICAS***, aparece el fundamento, los reactivos, el material, el procedimiento, fotos explicativas, las calibraciones, los cálculos y la expresión de resultados de las posibles analíticas que se pueden realizar a las muestras en este laboratorio.
- En tercer lugar, con el titulo de ***ENSAYO DE TRATABILIDAD DE AGUAS Y FANGOS***, explico en que consiste el Tratamiento Físico-químico al que se somete las Aguas Residuales Industriales para depurarlas, además de su procedimiento de ejecución a escala laboratorio, tanto para aguas como para fangos residuales. Incluyo fotos explicativas y de ensayos concluyentes reales.
- Y por ultimo, con el titulo ***OBSERVACION MACROSCOPICA Y MICROSCOPICA DE FANGOS ACTIVADOS***, expongo brevemente de que trata el Tratamiento Biológico (aunque el laboratorio sea Físico-Químico), ya que se realiza la Observación Macroscopica y Microscópica de muestras tratadas por dicho tratamiento en depuradoras. Por ello se describe los procedimientos de observación e imágenes de floculos biológicos y microorganismos observados.

Las imágenes que aparecen en los procedimientos de los distintos protocolos, no son correlativas de una misma muestra, sino que son fotos representativas generales.

INTRODUCCIÓN

La mayoría de los vertidos de aguas residuales del mundo no son tratados, simplemente se vierten al río, mar o lago más cercano y se deja que los sistemas naturales, con mayor o menor eficacia y riesgo, degraden los desechos de forma natural.

En los países desarrollados una proporción cada vez mayor de los vertidos, son tratados antes de que lleguen a los ríos o mares, por Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales (E.D.A.R.).

El objetivo de estos tratamientos es reducir la carga de contaminantes del vertido hasta alcanzar los valores máximos permisibles de acuerdo a las normas y estándares nacionales o internacionales, y convertirlo así en inocuo para el medio ambiente. Para cumplirlo, se usan distintos tipos de tratamiento dependiendo de los contaminantes que arrastre el agua y de otros factores como localización de la planta depuradora, clima, ecosistemas afectados, etc. Una posible clasificación de estos tratamientos sería:

A. Físicos

- **Sedimentación:** por gravedad.
- **Flotación:** natural o provocada con aire.
- **Filtración:** con arena, carbón, cerámicas, etc.
- **Evaporación:** mediante calor.
- **Adsorción:** con carbón activo, zeolitas, etc.
- **Extracción:** con líquido disolvente que no se mezcla con el agua.

B. Químicos

- **Coagulación-floculación:** formación de floculos usando coagulantes y floculantes.
- **Precipitación química:** eliminación de metales pesados haciéndolos insolubles con la adición de lechada de cal, hidróxido sódico u otras sustancias que elevan el pH.
- **Oxidación-reducción:** con oxidantes como ozono o cloro y reductores como el sulfito sódico.
- **Reducción electrolítica:** provocando la deposición en el electrodo del contaminante.
- **Intercambio iónico:** con la ayuda de resinas.
- **Osmosis inversa:** pasando al agua a través de membranas semipermeables que retienen los contaminantes disueltos.

C. Biológicos

- **Fangos activados:** se añaden microorganismos a las aguas residuales en condiciones aerobias (burbujeo de aire o agitación de las aguas).
- **Filtros bacterianos:** los microorganismos están fijos en un soporte sobre el que fluyen las aguas a depurar.
- **Biodiscos:** grandes discos dentro de una mezcla de agua residual con microorganismos, que facilitan la fijación y el trabajo de los microorganismos.
- **Lagunas aireadas:** se realiza el proceso biológico en grandes lagunas.

- **Degradación anaerobia:** procesos con microorganismos que no necesitan oxígeno para su metabolismo.

Cada uno de estos tratamientos depende de distintos factores, que habrá que estudiar y ajustar para cada tipo de vertido. Esto se averigua realizando ensayos a escala laboratorio, y en concreto como ya he dicho, en este proyecto, por el tipo de laboratorio que es (Físico-Químico) se desarrolla el tratamiento químico **Coagulación-floculación** seguido de algún tratamiento físico antes mencionado, que dependerá del resultado obtenido tras el tratamiento químico.

Para saber si tras el tratamiento se ha conseguido que el vertido no supere los valores máximos establecidos por ley para poder ser vertido si que perjudique los ecosistemas cercanos, se le realiza al afluente obtenido distintas analíticas como: sólidos en suspensión, DQO, aceites y grasas,...

Por otro lado, el tratamiento biológico de **Fangos Activados** también es muy demandado por las industrias, y aunque este laboratorio no tiene las instalaciones necesarias para realizar ensayos escala laboratorio de este tipo, si dispone de material para observar macroscópica y microscópicamente dichos Fangos Activados.

DEFINICIONES

- **Acidez:** Concentración de iones de hidrógeno de una solución, se expresa con un valor en la escala pH.
- **Aerobio:** Ambiente con presencia de oxígeno. Proceso en el que interviene el oxígeno. Organismo que necesita del oxígeno para vivir
- **Alcalinidad:** Cualidad de un agua debida a la presencia en la misma de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos. Cuando la alcalinidad se debe a la presencia de hidróxidos se habla de aguas cáusticas.
- **Análisis:** Examen detallado de cualquier cosa compleja, con el fin de entender su naturaleza o determinar sus caracteres esenciales.
- **Coagulación:** Proceso en el cual se desestabilizan los coloides o partículas presentes en el agua
- mediante la neutralización de las cargas eléctricas que los mantienen alejados
- **Coloidal:** Cuerpo que al disgregarse en un líquido aparece disuelto por la extremada pequeñez de las partícula en que se divide.
- **Contaminación:** Cualquier alteración física, química o biológica del aire, el agua o la tierra que produce daños a los organismos vivos.
- **Degradación:** Descomposición de una sustancia por rotura de los enlaces que unen los elementos químicos que la forman. Puede producirse por la acción del oxígeno, la luz, el calor y ciertos microorganismos.
- **Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO5):** Oxígeno consumido en la oxidación microbiológica de la materia orgánica e inorgánica presente en el agua, durante un periodo de cinco días y a 20° C de temperatura.
- **Demanda Química de Oxígeno (DQO):** Expresa la cantidad de oxígeno necesario para la oxidación química de la materia orgánica.
- **Depuración aerobia:** Sistema de depuración de aguas que aprovecha la actividad de bacterias aerobias.
- **Depuración anaerobia:** Tratamiento de aguas residuales por medio de bacterias anaerobias en un medio libre de oxígeno.
- **Diagrama de flujo:** Diagrama en donde se muestra un conjunto de operaciones y procesos unitarios, en instalaciones y operaciones manuales para conseguir un objetivo.
- **Efluente:** Descarga de desecho de naturaleza gaseosa, líquida o sólida que se libera al medio ambiente, este o no depurado
- **Evaluación:** Valoración de los posibles efectos acarreados por una actuación.

-
- **Factor de Dilución:** Relación entre el volumen (flujo o gasto) de agua de una corriente o cuerpo receptor, con el volumen (flujo o gasto) del desecho vertido en aquella.
 - **Fangos:** Partículas sólidas en suspensión acuosa de materia orgánica o inorgánica finamente dividida.
 - **Floculación:** Proceso a través del cual las partículas de un coloide se aglomeran y forman partículas más gruesas, las cuales a menudo pueden redispersarse por agitación, pues las fuerzas de unión en su interior son débiles.
 - **Grupos Taxonómicos:** Categorías pertenecientes a la clasificación biológica: como orden, familia, género o especie. Bienes usados cuyo reprocesamiento no provocan contaminación, productos verdes.
 - **In Situ:** En latín, en el lugar. Dítese de las acciones que se llevan adelante en el lugar de interés.
 - **Incineración:** Reacción rápida de materiales combustibles con oxígeno.
 - **Indicador:** Material u organismo, que indica un proceso o reacción determinado.
 - **Materia Inorgánica:** Sustancia sin procesos metabólicos vitales, como son los minerales que no pueden crecer sino por yuxtaposición.
 - **Materia Orgánica:** Sustancia constituyente o procedente de los seres vivos.
 - **Muestra:** Parte representativa de un vertido.
 - **Nutriente:** Sustancia que un organismo animal o vegetal utiliza como fuente de energía o como constituyente de su engranaje metabólico.
 - **Parámetros:** Valores permitidos de cantidades o concentraciones de elementos, sustancias o compuestos, que pueden ser vertidos al medio.
 - **pH:** Concentración del ión hidrógeno en el agua. Se expresa la concentración de este ión como pH, y se define como el logaritmo decimal cambiado de signo de la concentración de ión hidrógeno.
 - **Proceso de Fangos Activados:** Depuración biológica de las aguas residuales donde se las mezcla con fangos activos, se agita el licor y airea intensamente.
 - **Procesos Biológicos:** Aquel en que las bacterias y otros microorganismos descomponen los compuestos orgánicos complejos en otros más simples y estables.
 - **Sólidos Sedimentables:** Son aquellos Sólidos Suspendidos que sedimentan en el fondo de un cono Imhoff, en un tiempo fijado. Constituyen una medida aproximada de la cantidad de barro que se obtendrá en el proceso de decantación.
 - **Sólidos Volátiles:** Los sólidos que pasan a gas en el proceso de calcinación de los sólidos totales.
-

- **Técnica:** Conjunto de procedimientos y recursos de que se sirve una ciencia.
- **Turbidez:** Grado de opacidad que presenta el agua producido por la presencia de partículas en suspensión.

Abreviaturas

- **° C:** Grados centígrados.
- **NTU:** Unidad Nefelométrica de Turbidez
- **ppm:** Partes por millón Forma de medir concentraciones pequeñas.
- **nm:** manómetro $10^{(-9)}$ metros

OBJETIVOS

El objetivo del proyecto es explicar con todo detalle tanto los procedimientos de ejecución de las analíticas que son posibles realizar en un Laboratorio Físico-químico, como la elección del mejor tratamiento físico-químico para aguas residuales industriales, y la técnica de observación macroscópica y microscópica de fangos activados.

El objetivo del Laboratorio Físico-químico es poner a disposición de las industrias que viertan aguas residuales, los servicios necesarios para que los valores de los parámetros de dichos vertidos no superen los máximos permitidos. Para ello técnicos, comerciales e ingenieros contactan con las industrias para ofertarles depuradoras y tratamientos acordes con el vertido.

MATERIAL Y MÉTODOS

Los materiales utilizados para realizar este proyecto han sido, en cuanto al laboratorio, todos los que he necesitado y que estaban a mi disposición, para realizar las distintas analíticas y ensayos que han ido surgiendo a lo largo de un periodo de prácticas de más o menos dos meses. En el apartado de **ICONOGRAFIA** de este proyecto esta plasmado todo ese material. Para realizar las distintas fotografías he utilizado una cámara Kodak *EasyShare CX 7525* (5.0.MEGAPIXELS), personal.

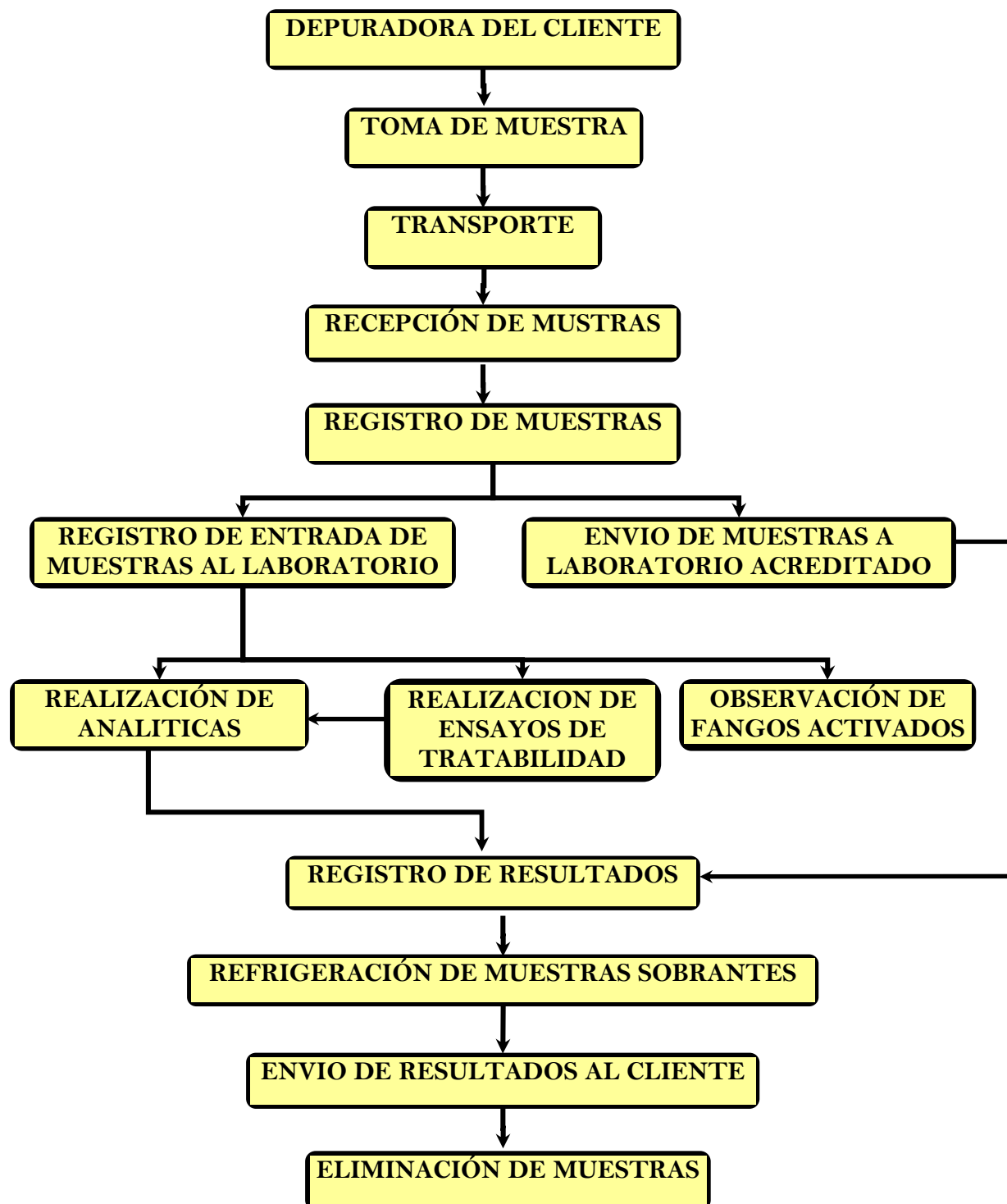
En el laboratorio también he tenido acceso a libros, protocolos, informes y otros tipos de documentos de diferentes ámbitos, pero siempre relacionados con las actividades desarrolladas en el laboratorio.

El método de aprendizaje se ha basado en observar al principio, y poco a poco ir ejecutando las analíticas, primero las mas simples y mas tarde las mas complejas, hasta llevar sin supervisión todas las analíticas que entraban en el laboratorio. En cuanto a los ensayos, desde el principio solo he colaborado al igual que en la observación de flora, debido a su complejidad.

LÍNEA DE MUESTRAS

DIAGRAMA DE FLUJO DE MUESTRAS

A continuación el largo camino que recorren las muestras desde su recogida en la estación depuradora de la fábrica del cliente hasta su eliminación en el laboratorio:



TOMA DE MUESTRAS

La toma de muestras de aguas residuales es una operación delicada, que se lleva a cabo con el mayor cuidado, dado que condiciona los resultados analíticos y su interpretación.

Las muestras son tomadas o por un técnico que trabaja para el laboratorio, o por el técnico de la E.D.A.R. (Estación Depuradora de Agua Residuales) de cada industria (mataderos, lacteas, refrescos,...). Estas se toman de los distintos puntos de muestreo de la E.D.A.R.:

- Entrada E.D.A.R.
- Salida E.D.A.R.
- Entrada físico-químico
- Salida físico-químico
- Reactor biológico
- Entrada biodestil
- Salida destilado

Deben ser homogéneas y representativas, y tomadas de manera que no se modifiquen las características fisicoquímicas o biológicas de estas (gases disueltos, materias en suspensión, etc,...).

La periodicidad con la que se toma las muestras en cada industria y en cada punto de muestreo, es decir, su seguimiento, será semanal, quincenal, mensual, trimestral o anual dependiendo del contrato que se tenga con dicha industria.

El material empleado por el técnico para la toma de muestra consiste básicamente en: guantes, envases, nevera portátil y placas de congelación. El técnico también realiza parámetros “in situ” como pH y conductividad, y para ellos son necesarios equipos portátiles específicos.

En cuanto a los envases, dependiendo del parámetro a determinar en el laboratorio, estos son de un material concreto (polietileno, vidrio transparente, vidrio topacio,...), algunos con agentes de conservación (tiosulfato) y por ultimo con un volumen suficiente. Por lo tanto, estos envases tendrán que cumplir los siguientes requisitos:

- No desprender materia orgánica, elementos alcalinos, boro, sílice u otros que puedan contaminar la muestra recogida.
- Que el material del recipiente no reaccione con los componentes de la muestra.
- Que puedan cerrarse y sellarse herméticamente.

Tras la toma de muestra, el técnico tiene que identificar las muestras mediante etiquetas que especifiquen:

- Nombre del cliente
- Fecha
- Hora
- Punto de muestreo
- Valores parámetros “in situ”

Por ultimo, las muestras son enviadas en las neveras portátiles por mensajería o llevadas por los propios técnicos al laboratorio.

A continuación cuadro explicativo de volúmenes y tipo de nevasé según parámetro a determinar:

PARAMETRO A DETERMINAR	VOLUMEN (ml)
TURBIDEZ	15
PH	20
CONDUCTIVIDAD	20
ACEITE Y GRASA	1000
SÓLIDOS EN SUSPENSION	500
SÓLIDOS VOLATILES	500
SÓLIDOS SEDIMENTABLES	1000
DQO	10
FOSFORO TOTAL	20
AMONIO	10
NITROGENO AMONiacal	10
NITRITOS	10
NITRATOS	20
CLORO TOTAL	20
CLORO LIBRE RESIDUAL	20
D.B.O 5	20
NITROGENO TOTAL	20
AMONIOACO	10
SULFATO	10
SULFITO	10
SULFURO	10
FLUORURO	20
CIANURO	20
CLORURO	10
PESTICIDAS	100
HODROCARBUOS	20
DETERGENTES	100
COT	20
SALMONELLA	250
S, AUREUS	100
ECHERICHIA COLI	100
BACTERIAS A 37°C	1
BACTERIAS A 22°C	1
COLIFORMES FECALES	100
COLIFORMES TOTALES	100
LEGIONELLA	1000
PSEUDOMONAS	100
ALGAS	100
NEMATODOS	10000

RECEPCIÓN Y REGISTRO DE MUESTRAS

Una vez las muestras llegan al laboratorio, estas deben de tener su ***Solicitud de Petición de Analíticas*** (anexo 1) correspondiente, en la que también se incluye la Observación de Fangos Activados, o su ***Solicitud de Petición de Ensayos*** (anexo 2), dependiendo del servicio que quiera el cliente. Ambas solicitudes son archivadas en carpetas de ***Registro de Peticiones***.

A continuación se apunta en el libro de ***Registro de Control de Muestras Recibidas*** (anexo 3) todos los datos ambos tipos de peticiones. A partir de aquí, los datos de las muestras que tengan peticiones de analíticas, se anotan en un libro de ***Registro de Control Analíticas*** (anexo 4), mientras que los datos de las muestras que tienen peticiones de ensayos, se registran en otro libro de ***Registro de Control de Tratabilidades*** (anexo 5).

El laboratorio donde he realizado las practicas no es acreditado, pero algunos clientes quieren o necesitan que los parámetros a determinar se realicen en un laboratorio que si este acreditado. Por lo tanto, para llevar el control de todas las muestras y servicios que se ofrece a los clientes, esos parámetros se realizan en un laboratorio externo acreditado pero contratado por el laboratorio interno y no por el cliente, de manera que todas las muestras llegan primero al laboratorio interno y una vez son registradas, son enviadas por mensajería a dicho laboratorio externo acreditado. Igualmente, los valores de los parámetros ya determinados son enviados del laboratorio externo acreditado al interno y de este al cliente, de modo, que esos valores son revisados por el laboratorio interno antes de ser remitidos al cliente.

PROCEDIMIENTOS PRÁCTICOS DEL LABORATORIO

Una vez terminado todos los trámites, las muestras son conservadas en la nevera hasta el momento de realizar con ellas algunos de los tres tipos de actividades en la que se podría dividir el total de las acciones que se realizan en este laboratorio:

- ***Analíticas***
- ***Ensayos de Tratabilidad de Aguas y Fangos***
- ***Observación Macroscópica y Microscópica de Fangos Activados***

Todas son guiadas, para llevar un orden, mediante los registros de analíticas y ensayos diarios ya mencionados. En el caso de las analíticas existe además un ***Parte Diario de Analíticas*** (anexo 6).

Estas actividades son descritas profundamente en este proyecto, incluyendo toda la teoría, fundamentos, materiales y reactivos necesarios, procedimientos y fotos explicativas tomadas en el laboratorio.

REGISTRO Y ENVIO AL CLIENTE DE RESULTADOS

Los resultados matemáticos de las Analíticas son plasmados en ***Fichas de Analíticas*** (anexo 7) que son archivadas en carpetas de ***Registro de Analíticas***, en las que se especifica el numero de muestra de la primera y ultima ficha que contiene la carpeta. En estas carpetas también se archivan las ***Fichas de Flora*** (anexo 8), correspondientes a la Observación de Fangos Activados. Por otro lado tanto las notas como las conclusiones finales de los Ensayos de

Tratabilidad de Aguas y Fangos son escritas en ***Fichas de Tratabilidad de Aguas*** (anexo 9) y ***Fichas de Tratabilidad de Fangos*** (anexo 10), con las que se crea un Informe detallado del mejor tratamiento.

Como muestra, todo lo que se realiza en el laboratorio queda registrado de múltiples maneras, ya que en caso de error de resultados, pérdida de información en ordenadores, repetición de analíticas, etc.,... las diferentes fichas se pueden consultar.

Una vez se tiene todos los resultados de las peticiones de Analíticas (en las que se incluye la Observación de Fangos Activados) pedidas por el cliente, estas se envían impresas e introducidas en sobres por mensajería. En cambio, los Informes de Tratabilidad de Aguas y Fango se envían por correo electrónico a la Química Encargada del laboratorio para su revisión, y es esta entonces quien lo expone al cliente.

CONSERVACION Y ELIMINACION DE MUESTRAS

Una vez que los resultados son enviados al cliente, las muestras se conservan en un frigorífico a 5 °C de temperatura aproximadamente durante 1 mes, por si hay que repetir alguna Analítica o Ensayo.

Transcurrido dicho mes, las muestras son vaciadas de los envases por el desagüe, las etiquetas son despegadas y por un lado los envases de plástico se depositados en la basura y los de cristal son reutilizados.

ANALÍTICAS

DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASA

(Método de extracción Soxhlet)

FUNDAMENTO

Los jabones metálicos solubles son hidrolizados por acidificación. Solo los aceites y las grasas sólidas o viscosas se separan de la muestras líquidas por filtración. Tras la extracción en un aparato Soxhlet con éter de petróleo, se elimina el disolvente mediante evaporación y se pesa el residuo que queda para determinar el contenido de aceite y grasa.

La velocidad y el tiempo de extracción en el Soxhlet deben ser exactamente los especificados, así como el tiempo de secado y enfriado del material extraído.

REACTIVOS

- Ácido sulfúrico al 25%
- Tierra de sílice de diatomea (10g de sílice de diatomea en 1l de agua destilada)
- Éter de petróleo

MATERIAL

- Probeta de 500ml y 100ml
- Vaso de precipitado de 600ml
- Rotulador indeleble
- Mosca
- Agitador magnético
- pH-metro
- Pipetas desechables
- Vidrio de reloj
- Espátula
- Frasco lavador
- Matraz aforado de 1l
- Embudo Buchner de 12cm de diámetro
- Disco de papel de filtro
- Disco de muselina (filtro de tela)
- Bomba de vacío
- Atrapa mosca
- Dedal de papel de filtro
- Bolígrafo
- Grapadora
- Estufa
- Aparato de extracción Soxhlet
- Manta calefactora
- Embudo de vidrio
- Matraces de fondo plano de 100ml y 250ml
- Reloj avisador
- Pegatina recordatoria

- Balanza analítica
- Desecador
- Rota-vapor

PROCEDIMIENTO

1. Tomar un volumen de muestra entre 200 y 500 ml de muestra
2. Rotular el vaso de precipitado con el nº identificativo de la muestra y el volumen tomado, e introducir una mosca.
3. Poner la muestra en un agitador magnético y añadir ácido sulfúrico gota a gota con una pipeta desechable hasta conseguir un pH 2 o inferior. **(Imagen 1)**
4. En el embudo Buchner preparar un filtro que consista en un disco de muselina sobre un disco de papel de filtro. **(Imágenes 2, 3 y 4)**
5. Encender la bomba de vacío y pasar 100ml de Tierra de Sílice de Diatomea y repasar la probeta con aguas destilada.(esta tierra retiene la grasa). **(Imágenes 5 y 6)**
6. Verter la muestra homogenizada poco a poco. **(Imagen 7)**
7. Parar la bomba y quitar el filtro enrollándolo en sí mismo con la ayuda de una espátula y tocándolo lo menos posible.
8. Introducir el filtro enrollado en un dedal de papel de filtro (rectángulo doble de papel de filtro doblado con forma de cilindro, con una altura y anchura que permita introducirlo en el cuerpo intermedio del Soxhlet; se cierra por un extremo plegándolo y por el extremo opuesto se grapa para que mantenga la forma; se rotula con el número de la muestra y el volumen filtrado). **(Imagen 8)**
9. Retirar con trozos de papel de filtro la materia adherida al embudo Buchner e introducirlos también en el dedal.
10. Colocar el dedal en un vaso de precipitado e introducirlo en la estufa 30 minutos a 105°C para eliminar la humedad (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria). **(Imágenes 9, 10 y 11)**
11. Poner el dedal en el cuerpo intermedio del Soxhlet y montar el resto del aparato (refrigerante, matraz de fondo plano de 250ml y manta calefactora). **(Imágenes 12, 13, 14 y 15)**
12. Abrir el grifo de la red de agua y verter una cantidad de éter de petróleo equivalente a 1 sifón y medio. **(Imagen 16 y 17)**
13. Encender la manta calefactora y mantener la extracción de aceite y grasa durante 4 horas (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria). **(Imágenes 18 y 19)**
14. Meter en la estufa durante 1 hora un matraz de fondo plano de 100ml ya rotulado con el número de la muestra y el volumen filtrado, después 1 hora en el desecador y por último se pesa.
15. Transferir el contenido del matraz de 250ml al de 100ml poco a poco para destilar el éter de petróleo en el Rota-vapor y así quede solo el contenido de aceite y grasa de la muestra en el matraz. **(Imágenes 20 y 21)**
16. Poner el Rota-vapor a una temperatura de 68°C y una velocidad de rotación de entre 30-90, y llenar el baño con agua destilada hasta la marca. **(Imágenes 22, 23 y 24)**
17. La destilación ha finalizado cuando en el matraz de 100ml situado en el Rota-vapor solo queda una gota de grasa.
18. El éter de petróleo destilado es reutilizado. **(Imágenes 25 y 26)**
19. Secar el matraz en la estufa a 105°C durante 1 hora y posteriormente enfriarlo en el desecador durante otra hora.

20. Pesar el matraz en la balanza analítica hasta peso constante (unas tres veces con un intervalo de 15 minutos).



Imagen 1



Imagen 2

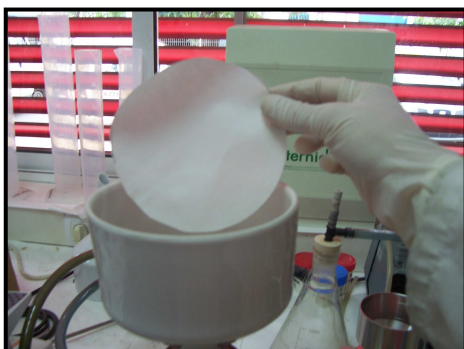


Imagen 3



Imagen 4



Imagen 5



Imagen 6



Imagen 7

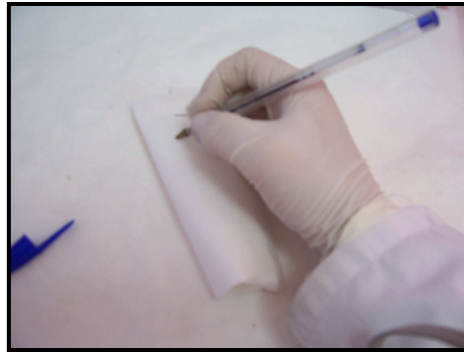


Imagen 8



Imagen 9



Imagen 10



Imagen 11

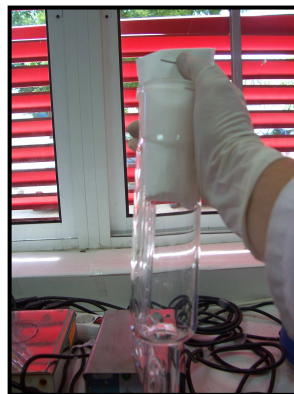


Imagen 12



Imagen 13



Imagen 14



Imagen 15

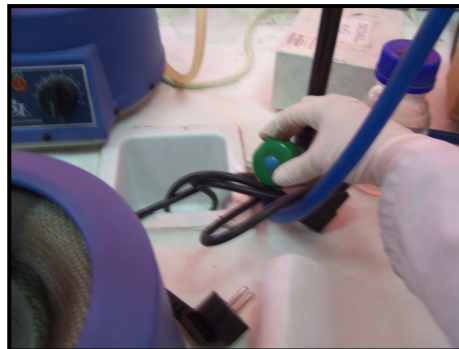


Imagen 16



Imagen 17

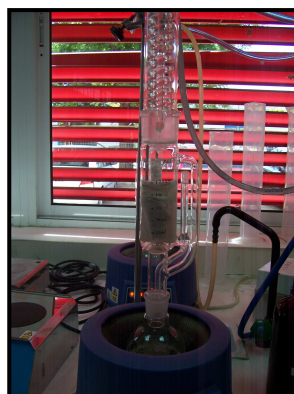


Imagen 18



Imagen 19



Imagen 20



Imagen 21



Imagen 22



Imagen 23



Imagen 24

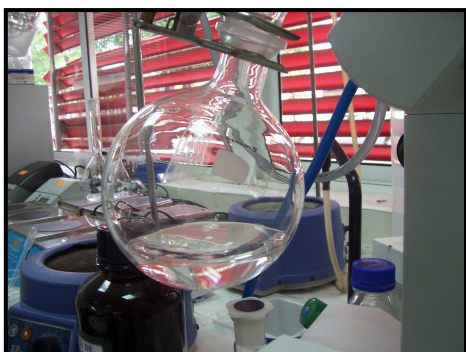


Imagen 25



Imagen 26

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido de aceite y grasa se calcula según la siguiente expresión:

$$\text{mg/l aceite y grasa} = \frac{P_f - P_i}{V_{\text{muestra}}} \cdot 10^6$$

Pi = peso inicial del matraz vacío y seco (g)

Pf = peso final del matraz después de la destilación (g)

V = volumen de la muestra (ml)

*El resultado se expresa en mg/l de aceite y grasas.

REGISTRO DE ANALÍTICA

Volumen muestra (ml) (V)	Peso inicial matraz (g) (Pi)	Peso final matraz (g) (Pf)	Aceite y grasa (mg/l) $\frac{P_f - P_i}{V_{\text{muestra}}} \cdot 10^6$

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS

Se realizaran muestras duplicadas con frecuencia mensual.

DETERMINACION DE SÓLIDOS EN SUSPENSION

FUNDAMENTO

Los sólidos suspendidos (SS) se determinan como la cantidad de material retenido mediante pesada, tras la filtración de un determinado volumen de muestra, utilizando un aparato de vacío a baja presión a través de filtros de fibra de vidrio y secado a 105°C.

MATERIAL

- Filtro
- Pinza
- Vaso de precipitado
- Estufa
- Desecador
- Balanza analítica
- Soporte para filtros (caja de cartón)
- Papel identificativo
- Bolígrafo
- Mosca
- Agitador magnético
- Atrapa mosca
- Sistema de filtración
- Probetas de 10ml, 25ml y 50ml
- Frasco lavador
- Reloj avisador
- Pegatina recordatoria

PROCEDIMIENTO

1. Pesar un filtro en la balanza analítica (los filtros deben sumergirse en agua destilada 1 día, después escurrirlos, secarlos en la estufa a 105°C durante otro día y por último 1 hora en el desecador) y anotar el valor en un papel identificativo. **(Imágenes 1 y 2)**
2. Poner el filtro encima de su papel identificativo en el soporte para filtros (caja de cartón) con la ayuda de la pinza.
3. Colocar el filtro, con la parte rugosa hacia arriba, en el soporte del sistema de filtración. **(Imagen 3)**
4. Dependiendo de la turbidez y los sólidos que tenga cada muestra a primera vista, se filtrará 10ml, 25ml o 50ml. **(Imágenes 4 y 5)**
5. Encender la bomba de vacío y filtrar la muestra homogenizada. **(Imagen 6)**
6. Apuntar en el papel identificativo el volumen filtrado y el número de la muestra. **(Imagen 7)**
7. Quitar el filtro del soporte una vez este todo el volumen de la muestra filtrado. **(Imágenes 8 y 9)**
8. Eliminar la humedad en la estufa a 105°C durante 1 hora (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria). **(Imágenes 10 y 11)**

9. Enfriar en el desecador durante 1 hora (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria). (**Imagen 12**)
10. Pesar en la balanza analítica y apuntar el valor en el papel identificativo.

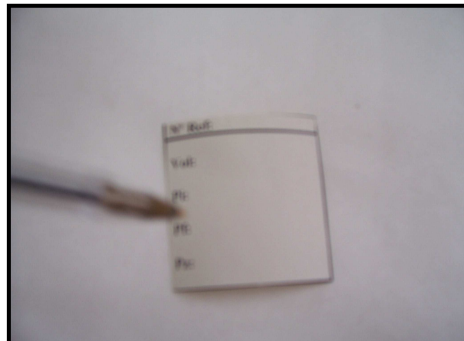
**Imagen 1****Imagen 2****Imagen 3****Imagen 4****Imagen 5****Imagen 6**



Imagen 7

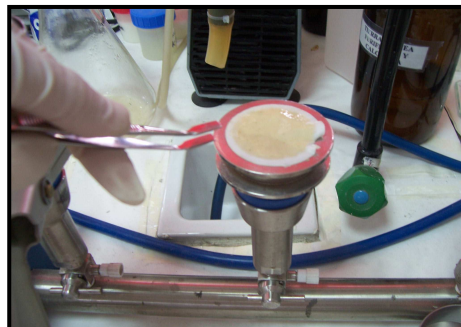


Imagen 8



Imagen 9



Imagen 10



Imagen 11



Imagen 12

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido de sólidos en suspensión se calcula según la siguiente expresión

$$\text{Sólidos en Suspensión (mg/l)} = \frac{P_f - P_i}{V_{\text{muestra}}} \cdot 10^6$$

Pi = peso inicial del filtro (g)

Pf = peso final del filtro secado (g)

V = volumen de la muestra (ml)

* El resultado se expresa en mg/l de sólidos en suspensión.

REGISTRO DE ANALÍTICA

Volumen muestra (ml) (V)	Peso inicial filtro (g) (Pi)	Peso final filtro (g) (Pf)	Sólidos en Suspensión (mg/l) $\frac{Pf - Pi}{V_{muestra}} * 10^6$

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS

Se realizarán muestras duplicadas con frecuencia mensual.

DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES O RESIDUO TOTAL

FUNDAMENTO

Consisten en la cantidad de materia que queda como residuo después de una evaporación de 105° C mediante el método de la capsula.

MATERIAL

- Capsula de porcelana
- Balanza de precisión
- Probeta de 50ml
- Bolígrafo
- Pinza de metal
- Estufa
- Reloj avisador
- Pegatina recordatoria
- Desecador

PROCEDIMIENTO

1. Calentar la capsula en la estufa a 105°C para eliminar las impurezas durante 24 horas (no olvidar poner la pegatina recordatoria). **(Imagen 1)**
2. Enfriar en un desecador durante 1 hora (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria).
3. Pesar en la balanza de precisión la capsula y apuntar el valor en le papel identificativo. **(Imágenes 2 y 3)**
4. Homogenizar la muestra y verter en la capsula tarada 50ml, apuntar valor. **(Imagen 4)**
5. Secar en la estufa a 105°C durante 1 hora (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria). **(Imagen 5)**
6. Enfriar en un desecador durante 1 hora (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria). **(Imagen 6)**
7. Pesar la cápsula en la balanza de precisión y apuntar el valor en el papel identificativo.



Imagen 1



Imagen 2

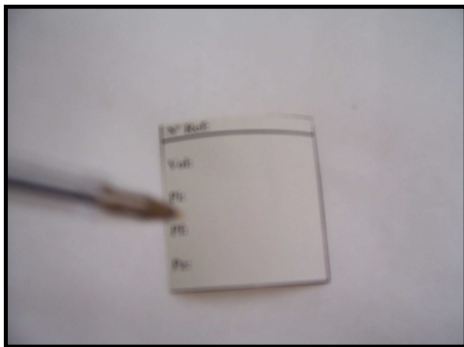


Imagen 3



Imagen 4



Imagen 5

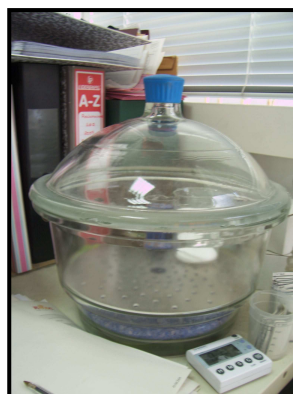


Imagen 6

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido de sólidos totales se calcula según la siguiente expresión:

$$\text{Sólidos Totales (mg/l)} = \frac{P_f - P_i}{V_{\text{muestra}}} * 10^6$$

Pi = peso inicial de la cápsula (g)

Pf = peso final de la cápsula secada (g)

V = volumen de la muestra (ml)

* El resultado se expresa en mg/l de sólidos totales.

El porcentaje de sequedad se calcula según la siguiente expresión:

$$\% \text{ Sequedad} = \frac{\text{gr fango seco}}{\text{gr fango}} * 100$$

Fango seco (g) = peso final de la cápsula (Pf)(g) – peso inicial de la cápsula (Pi)(g)

Peso tomado (g) = peso cápsula + muestra

Peso fango (g) = peso inicial – peso tomado

El porcentaje de humedad se calcula según la siguiente expresión:

$$\% \text{ Humedad} = 100 - \% \text{ sequedad}$$

REGISTRO DE ANALÍTICA

Peso inicial de la capsula, Pi (g)	
Cantidad de muestra tomada (ml)	
Peso tomado (peso capsula + muestra) (g)	
Peso fango (g)	
Peso final de la capsula (peso capsula + fango seco), Pf (g)	
Fango seco = peso final de la capsula (Pf)(g) – peso inicial de la capsula (Pi)(g)	
Peso final de la capsula incinerada, Pz (g)	
$\text{Solidos Totales (mg/l)} = \frac{Pf - Pz}{V_{\text{muestra}}} * 10^6$	
$\% \text{ Sequedad} = \frac{\text{gr fango seco}}{\text{gr fango}} * 100$	
$\% \text{ Humedad} = 100 - \% \text{ sequedad}$	

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALITICAS

Se realizaran muestras duplicadas con frecuencia semestral.

DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS VOLÁTILES

FUNDAMENTO

A partir de los sólidos en suspensión o de los sólidos totales se puede saber los sólidos volátiles al incinerar en el horno Mufla los sólidos retenidos en el filtro o en la capsula.

MATERIAL

- Todo el material especificado en las determinaciones de sólidos en suspensión y sólidos totales
- Horno Mufla

PROCEDIMIENTO

1. Procedimiento previo especificado en las determinaciones de sólidos en suspensión y sólidos totales.
2. Incinerar en el horno Mufla 550°C durante 2 horas (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria). (**Imágenes 1 y 2**)
3. Enfriar en le desecador durante 1 hora (no olvidar poner el reloj avisador y la pegatina recordatoria).
4. Pesar en la balanza analítica o en la de precisión y apuntar el valor en el papel identificativo.



Imagen 1



Imagen 2

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido de sólidos volátiles se calcula según la siguiente expresión:

$$\text{Sólidos en Suspensión Volátiles (mg/l)} = \frac{P_f - P_z}{V_{\text{muestra}}} \cdot 10^6$$

Pf = peso final del filtro o la capsula seco (g)

Pz = peso del filtro o la capsula incinerados (g)

V = volumen de la muestra (ml)

* El resultado se expresa en mg/l de sólidos volátiles.

REGISTRO DE ANALÍTICA

Volumen muestra (ml) (V)	Peso inicial filtro(g) (Pi)	Peso final Filtro (g) (Pi)	Peso tras Incineración (g) (Pz)	Solidos en Suspension Volátiles (mg) $\frac{Pf - Pz}{V \text{ muestra}} * 10^6$

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS

Se realizaran muestras duplicadas con frecuencia mensual.

DETERMINACIÓN DE PH

FUNDAMENTO

El término pH es usado universalmente para determinar si una solución es ácida o básica, es la forma de medir la concentración de iones hidrógeno de una sustancia. La escala de pH contiene una serie de números que varían de 0 a 14. Los valores inferiores a 7 próximos a cero indican aumento de la acidez, los que son mayores de 7 y próximos a 14 indican un aumento de la basicidad, mientras que cuando el valor es 7 indican neutralidad.

REACTIVOS

- Tampón 4
- Tampón 7

MATERIAL

- pH-metro
- Frasco lavador
- Vaso de precipitado
- Mosca
- Atrapa mosca
- Agitador magnético
- Papel de filtro
- Rotulador indeleble

PROCEDIMIENTO

1. Lavar y secar la sonda. (**Imagen 1**)
2. Homogenizar la muestra mediante una mosca en la botella o el vaso que la contiene situado en el agitador magnético. (**Imagen 2**)
3. Encender el pH-metro.
4. Sumergir la sonda en la muestra y apuntar el valor cuando sea estable. (**Imagen 3**)
5. De nuevo lavar la sonda con el frasco lavador y secarla con papel de filtro. (**Imagen 4**)



Imagen 1



Imagen 2



Imagen 3



Imagen 4

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS

Se realizarán calibraciones semanales:

1. Lavar la sonda con agua destilada y secar con papel de filtro.
2. Encender el pH-metro y pulsar "CAL" (calibración).
3. Sumergir como pone la pantalla la sonda en el tampón 4 y se balancea hasta que finaliza el parpadeo de la pantalla; mismo procedimiento con el tampón 7.
4. Lavar y secar la sonda.

DETERMINACIÓN DE CONDUCTIVIDAD

FUNDAMENTO

La conductibilidad eléctrica es una medida para la cantidad de iones que forman parte de las partículas depositadas en el agua. Esto se determina a través de las concentraciones en sales disueltas. Es decir, el conductímetro produce mediante dos electrodos incluidos en una sola sonda, unas pequeñas corrientes entre éstos, que miden el paso de la corriente del agua mediante un voltímetro de gran precisión. La conductibilidad se ve influida por la temperatura del agua.

REACTIVOS

- Tampón 1413
- Tampón 147
- Tampón 12,88

MATERIAL

- Conductímetro
- Frasco lavador
- Vaso de precipitado
- Mosca
- Atrapa mosca
- Agitador magnético
- Papel de filtro
- Rotulador indeleble

PROCEDIMIENTO

1. Lavar y secar la sonda con papel de filtro. (**Imagen 1**)
2. Homogenizar la muestra mediante una mosca en la botella o el vaso que la contiene situado en el agitador magnético. (**Imagen 2**)
3. Encender el conductímetro.
4. Sumergir la sonda en la muestra y apuntar el valor cuando sea estable. (**Imagen 3**)
5. Lavar y secar la sonda con papel de filtro.



Imagen 1



Imagen 2

**Imagen 3****Imagen 4**

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El resultado se expresa en $\mu\text{S}/\text{cm}$ de conductividad.

Si el valor aparece en mS/cm , se pasara a la unidad $\mu\text{S}/\text{cm}$: $\text{mS}/\text{cm} * 1000$

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALITICAS

Se realizaran calibraciones semanalmente:

1. Enjuagar con agua destilada los tubos de los tampones.
2. Enrasar los tubos con su tampón correspondiente (1413, 1471 y 2,88)
3. Lavar la sonda con agua destilada y secarla.
4. Encender el conductímetro y presionar "CAL" (calibración).
5. Sumergir como pone en la pantalla la sonda en el tampón y se balancea hasta que finaliza el parpadeo de la pantalla; mismo procedimiento con el resto de tampones.
6. Lavar y secar la sonda con papel de filtro.

DETERMINACIÓN DE TURBIDEZ

FUNDAMENTO

Consiste en la expresión de la propiedad óptica de la muestra que causa que los rayos de luz sean dispersados y absorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de la muestra. La turbidez del agua puede ser causada por la presencia de partículas suspendidas y disueltas de gases, líquidos y sólidos tanto orgánicos como inorgánicos, con un ámbito de tamaños desde el coloidal hasta partículas macroscópicas.

La turbidez en este laboratorio se suele realizar únicamente en las Tratabilidades de aguas y fangos, como un dato mas para saber que tratamiento es el mas adecuado.

MATERIAL

- Turbidímetro
- Frasco lavador
- Cubeta y tapón
- Papel de filtro
- Jeringa (si es necesaria)

PROCEDIMIENTO

1. Enjuagar la cubeta con agua destilada para eliminar posibles restos. (**Imagen 1**)
2. Enjuagar la cubeta con la muestra, desde la probeta (previo desgote) o con la ayuda de una jeringa para evitar sólidos no deseados o tras filtración. (**Imágenes 2, 3, 4 y 5**)
3. Enrasar la cubeta con la muestra, y cerrarla (no agitar la cubeta para impedir que se formen burbujas).
4. Limpiar con papel la parte externa de la cubeta para no interferir en la lectura del turbidímetro.
5. Encender el turbidímetro y en le menú mediante las flechas seleccionar la opción "AUTORANGE". (**Imagen 6**)
6. Introducir la cubeta en el compartimento para cubetas y pulsar 2 veces "ENTER".
7. Apuntar el valor dado.

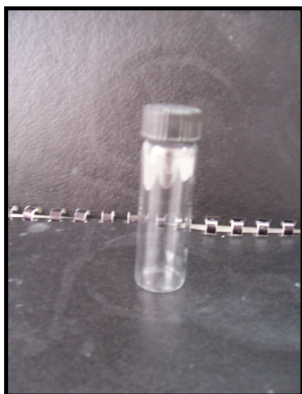


Imagen 1

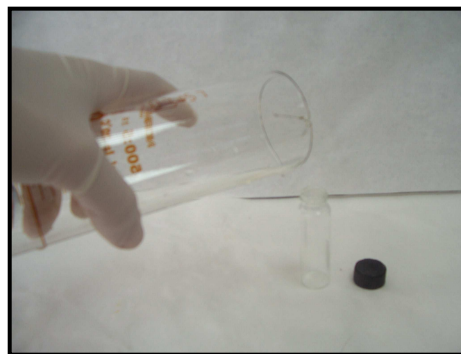
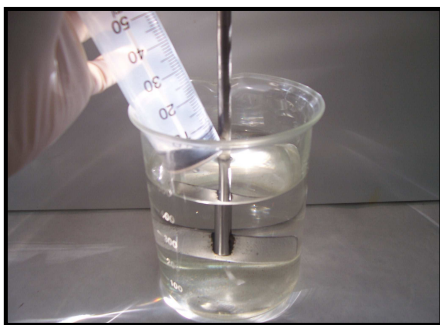
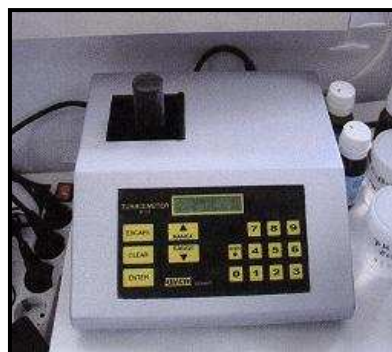


Imagen 2

**Imagen 3****Imagen 4****Imagen 5****Imagen 6**

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALITICAS

Se realizaran calibraciones semanalmente:

1. Encender el turbidímetro y dejar calentar durante 5 minutos.
2. Con el lector indicando "CALIBRAT. 10 NTU", calibrar la escala 10 NTU.
3. Pulsar enter y el lector indicara "VL.STANDARDS", volver a pulsar enter.
4. Cuando aparezca en pantalla "INSERT STANDARD 10 NTU", poner el patrón 5NTU en el portacubetas y tapar con el cubre luz.
5. Pulsar aver y aparecerá en pantalla "CALIBRAT. 100 NTU", significa que la escala 10 NTU ya esta calibrada y se continua calibrando la siguiente escala, 100NTU.
6. Pulsar enter para proceder a la calibración de la escala 100 NTU siguiendo los mismos pasos puntos del 2 al 5, usando el patrón 40 NTU y el 400 NTU para calibrar la escala 1000 NTU.
7. Al terminar la calibración de la ultima escala, aparecerá en pantalla "AUTO RANGE", el turbidímetro esta preparado para medir.

DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

FUNDAMENTO

Indica la cantidad de oxígeno procedente de dicromato potásico ($K_2Cr_2O_7$) que reacciona con las sustancias oxidables contenidas en 1l de agua. Es decir, consiste en la oxidación de materia orgánica e inorgánica de las muestras de agua usando dicromato potásico en un medio de ácido sulfúrico, con sulfato de plata como catalizador y en caliente. Al tratarse de una reacción oxidación-reducción, el dicromato potásico se reduce cambiando de color, cuya intensidad es proporcional a la concentración de materia orgánica oxidada.

En el fotómetro, la luz blanca de diferentes longitudes de onda, atraviesa la muestra y en la luz transmitida, ciertas longitudes de onda experimentan una disminución de intensidad luminosa, característica de cada sustancia.

En la determinación de DQO la cubeta utilizada es de 16mm, la longitud de onda a la que se mide es de 585 nm.

Los Test Fotométricos contienen ya todas las soluciones necesarias para la medición de DQO. Dependiendo del rango de medida, existen 3 métodos:

RANGO	REFERENCIA	INTERVALO DE MEDIDA (mg/l)	MUESTRA (ml)	COLOR IDENTIFICATIVO	CONDUCTIVIDAD (μS/cm)
BAJO (RB)	14741	10-150	3	verde	2.000
MEDIO (RM)	14540	25-1.500	3	amarillo	2.000
ALTO (RA)	14555	500-10.000	1	rojo	5.000

REACTIVOS

- Kit Test Fotométricos RR – 14741: cubeta de reacción
- Kit Test Fotométricos RR – 14540: cubeta de reacción
- Kit Test Fotométricos RR – 14555: cubeta de reacción

MATERIAL

- Conductímetro
- Termo-reactor
- Espectrofotómetro
- Pipetas automáticas de (100/1000ml), (1/5ml) y (20/200ml)
- Puntas de pipetas clase A de 1ml y 5ml
- Gradilla
- Mosca
- Agitador magnético
- Atrapa moscas

PROCEDIMIENTO

1. Encender el termoreactor antes de empezar a realizar el análisis y seleccionar el programa que alcance 148°C durante 2 horas. **(Imagen 1)**
2. Medir la conductividad de la muestra, y si esta es demasiado alta se realizaran diluciones, siendo como máximo una dilución 1/20.
3. Coger la cubeta y la pegatina identificativa del rango correspondiente (cuadro superior), y en esta ultima apuntar el número de muestra y el factor de dilución. **(Imágenes 2 y 3)**
4. Poner en suspensión el sedimento del fondo de la cubeta mediante agitación por balanceo. **(Imagen 4)**
5. Homogenizar la muestra, con mosca y agitador magnético si fuera necesario.
6. Añadir con la pipeta automática el volumen de muestra correspondiente a el rango elegido (cuadro superior), cuidadosamente por la pared de la cubeta de reacción. **(Imagen 5)**
7. Cerrar la tapa roscada y mezclar intensamente (¡Atención! La cubeta se calienta mucho)
8. Calentar la cubeta de reacción en le termo-reactor a 148° durante 2 horas. **(Imagen 6)**
9. Sacar la cubeta del termo-reactor y dejarla enfriar en una gradilla a temperatura ambiente. **(Imagen 7)**
10. Colocar la cubeta en el compartimento para cubetas del espectrofotómetro y apuntar el valor. **(Imagen 8)**



Imagen 1

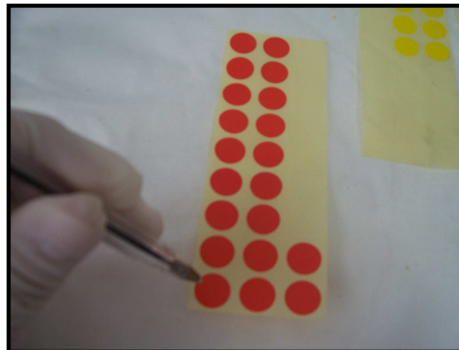


Imagen 2



Imagen 3



Imagen 4

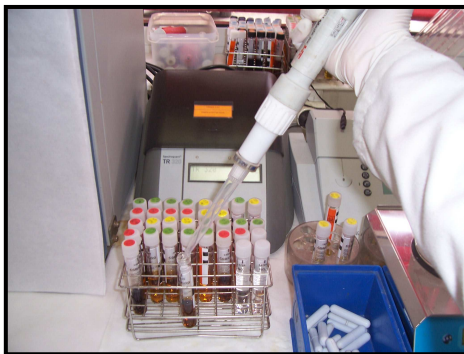


Imagen 5

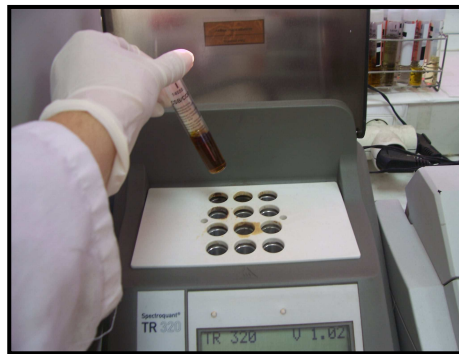


Imagen 6

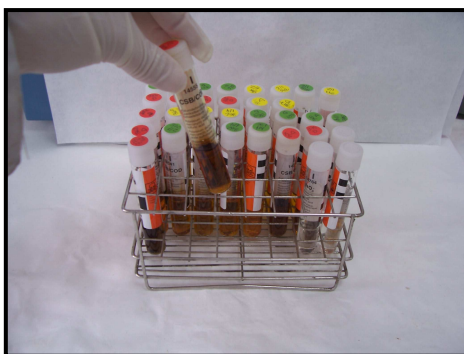


Imagen 7



Imagen 8

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Los resultados de las muestras son calculados automáticamente por el equipo a partir del dato de absorbancia.

Si se han realizado diluciones se multiplicara por el factor de dilución.

*El resultado se expresa en mg/l O_2 .


REGISTRO DE ANALÍTICA

Conductividad	Rango de medida	Factor de dilución	DQO (mg/l) (concentracion leída * factor de dilución)

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALITICAS

Semestralmente se verificará el estado del equipo de la siguiente manera:

Calibración de las barreras de luz:

1. Pulsar  para que aparezca el menú.
2. Seleccionar la opción “AQS-Check”.
3. Seleccionar la opción “fotómetro” y cuando aparezca en la pantalla “ L-CHECK usar L1 Cancelar” introducir la cubeta L1.
4. Aparecerá en la pantalla “L-Check L1 Ok” (si aparece “Error”, limpiar el compartimento para cubetas con paño húmedo; si aun así vuelve a salir “Error” llamar al técnico).
5. A continuación aparecerá en la pantalla “ L-CHECK usar L2 Cancelar” , introducir la cubeta L2.
6. Después aparecerá “L-Check L2 Ok”.

Calibración patrones:

1. Introducir la cubeta con un patrón y esperar a que aparezca “Ok” en la pantalla (si aparece “Error”: repetir la medición, cambiar el patrón o mandar a calibrar al fabricante).
2. Introducir la cubeta con el siguiente patrón.
3. Si se pulsa “cancelar”, el siguiente patrón no será activado.

DETERMINACIÓN DE FOSFORO TOTAL

FUNDAMENTO

Consiste en digerir a 120°C la muestra con persulfato amonico para convertir la mayoría de los compuestos orgánicos de fósforo, polifosfatos, hexametafosfatos y fosfitos orgánicos en ortofosfatos. El unión fosfato reacciona con el molibdato amonico en medio acido ascórbico generando una coloración azul debida al molibdeno y susceptible de ser determinado colorimetricamente.

En el fotómetro, la luz blanca de diferentes longitudes de onda, atraviesa la muestra y en la luz transmitida, ciertas longitudes de onda experimentan una disminución de intensidad luminosa, característica de cada sustancia.

En la determinación de fósforo total la cubeta utilizada es de 16mm, la longitud de onda a la que se mide es de 690 nm.

Los Test Fotométricos contienen ya todas las soluciones necesarias para la medición de fósforo total.

REACTIVOS

- Kit Test Fotométricos RR – 14729:
 - Cubeta de reacción
 - P-1K
 - P-2K
 - P-3K

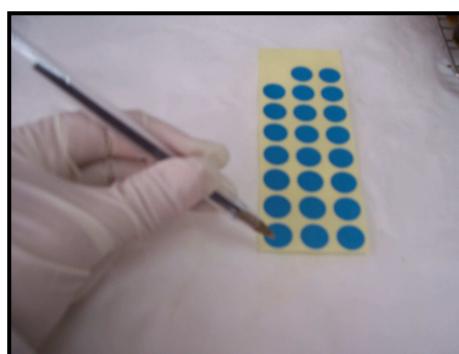
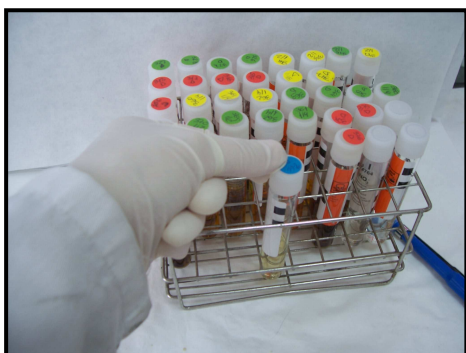
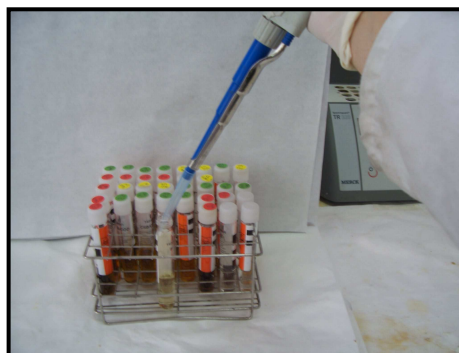
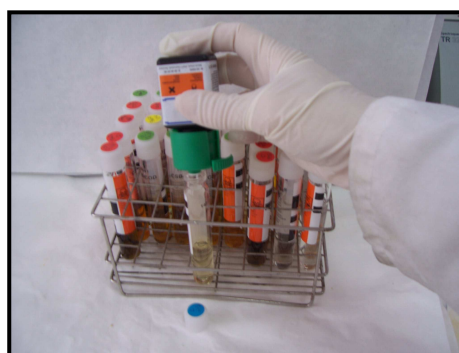
MATERIAL

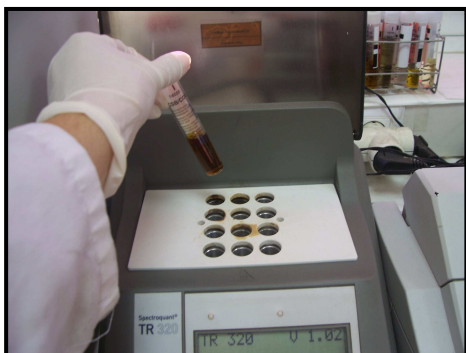
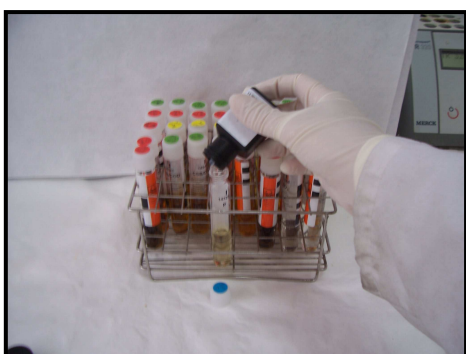
- Espectrofotómetro
- Termo-reactor
- Pipetas automáticas de 1/5ml
- Pipetas graduadas clase A de 1ml
- Gradilla
- Reloj avisador

PROCEDIMIENTO

1. Encender el termo-reactor antes de empezar a realizar el análisis y seleccionar el programa que alcance 120°C durante 30 minutos. (**Imagen 1**)
2. Pegar en la cubeta la pegatina identificativa y apuntar en esta el número de muestra y el factor de dilución. (**Imágenes 2 y 3**)
3. Poner en suspensión el sedimento del fondo de la cubeta mediante agitación por balanceo.
4. Añadir con pipeta automática 1ml de la muestra homogenizada cuidadosamente por la pared interna de la cubeta (RR-14729) y mezclar. (**Imagen 4 y 5**)
5. Añadir una dosis de P-1K (polvos) con el dosificador del tapón verde, cerrar la tapa roscada y agitar. (**Imagen 6**)

6. Calentar la cubeta de reacción durante 30 minutos a 120°C en el termo-reactor. **(Imagen 7)**
7. Sacar la cubeta y dejar enfriar a temperatura ambiente en una gradilla.
8. Añadir en la cubeta 5 gotas de P-2K con el dosificador del tapón negro, cerrar la tapa roscada y agitar. **(Imagen 8)**
9. Añadir una dosis de P-3K (polvos) con el dosificador del tapón azul, cerrar la tapa roscada y agitar. **(Imagen 9)**
10. Esperar un tiempo de reacción de 5 minutos con la ayuda del reloj avisador. **(Imagen 10)**
11. Encender el espectrofotometro y elegir la opción para medir fósforo total. **(Imagen 11)**
12. Colocar la cubeta en el compartimento para cubetas del espectrofotómetro y apuntar el valor. **(Imagen 12)**

**Imagen 1****Imagen 2****Imagen 3****Imagen 4****Imagen 5****Imagen 6**

**Imagen 7****Imagen 8****Imagen 9****Imagen 10****Imagen 11****Imagen 12**

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Los resultados de las muestras son calculados automáticamente por el equipo a partir del dato de absorbancia.

Si se han realizado diluciones se multiplicara por el factor de dilución.

*El resultado se expresa en mg/l P.

REGISTRO DE ANALÍTICA

Concentración leída (mg/l)	Factor de dilución	Resultado (mg/l) (concentración leída * factor de dilución)

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS

Semestralmente se verificará el equipo como se detalla en el apartado CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS en la determinación de la Demanda Química de Oxígeno.

DETERMINACIÓN DE AMONIO Y NITROGENO AMONIAL

FUNDAMENTO

El nitrógeno amónico ($\text{NH}_4 - \text{N}$) se presenta en parte en iones amonio y en parte en forma de amoníaco. Entre ambas formas existe un equilibrio dependiente del pH. En soluciones fuertemente alcalinas en la que prácticamente solo existe amoníaco, tiene lugar con iones hipocloritos una transformación en monocloramina. Esta forma con el fenol un derivado azul de idofenol, cuya concentración se determina fotométricamente.

En el fotómetro, la luz blanca de diferentes longitudes de onda, atraviesa la muestra y en la luz transmitida, ciertas longitudes de onda experimentan una disminución de intensidad luminosa, característica de cada sustancia.

En la determinación de amonio y nitrógeno amoniacal la cubeta utilizada es de 16mm, la longitud de onda a la que se mide es de 712 nm.

Los Test Fotométricos contienen ya todas las soluciones necesarias para la medición de amonio y nitrógeno amoniacal.

REACTIVOS

- Kit Test Fotométricos RR – 14559:
 - Cubeta de reacción
 - $\text{NH}_4\text{-1K}$

MATERIAL

- Espectrofotómetro
- Pipetas automáticas de 0,1/1ml
- Puntas de pipetas de 1ml
- Gradilla
- Reloj avisador

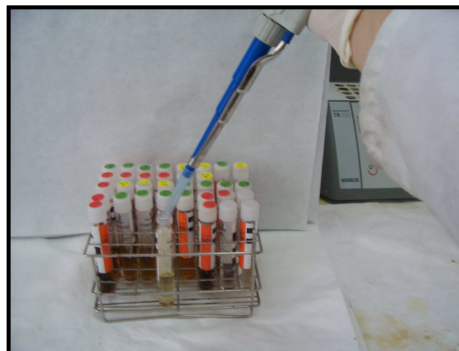
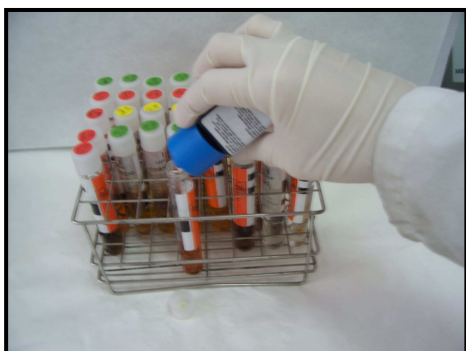
PROCEDIMIENTO

Procedimiento para medir amonio:

1. Poner en suspensión el sedimento del fondo de la cubeta mediante agitación por balanceo. **(Imagen 1)**
2. Añadir con pipeta automática 0,10 ml de la muestra homogenizada cuidadosamente por la pared interna de la cubeta (RR-14559) y mezclar. **(Imagen 2)**
3. Añadir una dosis de $\text{NH}_4\text{-1K}$ (polvos) con el dosificador del tapón azul, cerrar la tapa roscada y agitar por balanceo. **(Imagen 3)**
4. Esperar un tiempo de reacción de 15 minutos con la ayuda del reloj avisador. **(Imagen 4)**
5. Encender el espectrofotómetro y elegir en el menú la opción para medir amonio.
6. Colocar la cubeta en el compartimento para cubetas del espectrofotómetro y apuntar el valor.

Procedimiento para medir nitrógeno amoniacal:

1. Seguir los mismos pasos que para la medición de amonio (puntos 1-3).
2. En el menú elegir la opción para medir nitrógeno amoniacal.
3. Colocar la cubeta en el compartimento para cubetas del espectrofotómetro y apuntar el valor.

**Imagen 1****Imagen 2****Imagen 3****Imagen 4****Imagen 5****Imagen 6**

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Los resultados de las muestras son calculados automáticamente por el equipo a partir del dato de absorbancia.

Si se han realizado diluciones se multiplicara por el factor de dilución.

*El resultado se expresa en mg/l NH_4 o $\text{NH}_4\text{-N}$.

REGISTRO DE ANALÍTICA

Concentración leída	Factor de dilución	Resultado (mg/l) (concentración leída * factor de dilución)

CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS

Semestralmente se verificará el equipo como se detalla en el apartado CONTROL DE CALIDAD DE LAS ANALÍTICAS en la determinación de la Demanda Química de Oxígeno.

ENSAYOS DE TRATABILIDAD DE AGUAS Y FANGOS

TRATAMIENTO FÍSICO-QUÍMICO

El tratamiento físico-químico de aguas y fangos residuales tiene la finalidad de, mediante la adición de productos químicos, alterar el estado físico de las diferentes sustancias del vertido convirtiéndolas en partículas fáciles de separar (flóculos) por sedimentación o flotación. Este tipo de tratamiento físico-químico es conocido como *Coagulación-floculación*.

El tamaño de estas partículas es variado:

- Hay sólidos que observan a simple vista en el agua, que dejándolos en reposo se separan por decantación o por flotación, dependiendo de la densidad del sólido y del agua. Incluso se pueden separar por filtración.
- Hay otras partículas más finas denominadas *coloidal*, con un tamaño de entre 0,001 y 1µm, son la causa de la turbidez del agua. Son muy estables en el agua a causa de las cargas superficiales electrostáticas del mismo signo que producen fuerzas de repulsión entre ellas, que impiden agruparse y no sedimentan.

ETAPAS DEL TRATAMIENTO FÍSICO-QUÍMICO



Son necesarias tres etapas para romper la estabilidad de las partículas coloidales.

Coagulación

Consiste en desestabilizar las partículas coloidales por neutralización de sus cargas, dando lugar a la formación de un floculo o precipitado. Se consigue añadiendo un producto químico llamado *coagulante*, que suelen ser sales de hierro y aluminio.

Mecanismos

- A. *Neutralización de la carga de las partículas coloidales:* el coagulante al disolverse en agua libera iones con la suficiente densidad de carga para atraer las partículas coloidales y neutralizar su carga. El efecto aumenta proporcionalmente al número de carga del ión coagulante.

	COAGULANTE	CARGA	EFFECTIVIDAD NEUTRALIZACION
COLOIDE Carga -	Na	1+	
	Ba	1+	
	Mg	1+	
	Fe	2+	
		3+	
	Al	3+	
COLOIDE Carga +	Cl	1-	
	SO ₄	2-	
	PO ₄	3-	

- B. *Inmersión en un precipitado o floculo de barrido*: los coagulantes forman en el agua productos de baja densidad que precipitan. Las partículas coloidales sirven de núcleo de precipitado, por lo que quedan inmersas dentro del precipitado.

Factor que influyen en el proceso de coagulación

Cada coagulante trabaja mejor en un intervalo de pH, por lo que la coagulación se debe realizar dentro de esa zona optima, ya que de lo contrario se desperdiciaría producto químico (el coagulante).

Para modificar el pH, si este no es el adecuado, se usa *coadyuvantes* como:

- *Cal viva*
- *Cal apagada*
- *Carbonato sódico*
- *Sosa cáustica*
- *Ácidos minerales*

Tipos de coagulantes

Los coagulantes utilizados principalmente son las sales de hierro y aluminio como:

COAGULANTE	FÓRMULA	RANGO pH ÓPTIMO
<i>Sulfato de alúmina</i>	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	5 - 7,5
<i>Sulfato ferroso</i>	FeSO_4	9,5
<i>Sulfato férrico</i>	$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	4 - 7 y > 9
<i>Cloruro férrico</i>	FeCl_3	4 - 6 y > 8
<i>Policloruro de Aluminio</i>	(PAC)	amplio rango

Floculación

Consiste en la unión entre los floculos ya formados con el fin de aumentar su volumen y peso de forma que pueden decantar (aumentan la velocidad de sedimentación) o flotar.

Mecanismos

- A. Mediante el propio movimiento de las partículas (difusión Browniana), denominado *floculación pericinética o por convección natural*, de por sí muy lenta.
- B. Mediante el movimiento del fluido que contiene las partículas, que provoca un movimiento de estas. Se consigue por agitación y se denomina *floculación ortocinetica o por convección forzada*.
- C. Mediante la adición de productos químicos llamados *floculantes*, que facilitan la floculación agrupando las partículas individuales en aglomerados (floculo mas pesado y voluminoso).

Factores que influyen en el proceso de floculación

- A. *Coagulación* previa lo más perfecta posible
- B. *Agitación lenta y homogénea*: ya que favorece la unión entre floculos, un mezclado demasiado fuerte romperían los floculos ya formados.
- C. *Temperatura del agua o fango residual*: influye en el tiempo necesario para una buena formación de floculos. Las temperaturas bajas dificultan la clarificación del agua, por lo que requiere periodos de floculación más largos o mayores dosis de floculante.
- D. *Características del agua o fango residual*: un agua con poca turbidez coloidal suele tener una floculación difícil.

Tipos de floculantes

Según su naturaleza

- **Minerales**
 - *Sílice activada*: considerada el mejor floculante, capaz de asociarse a las sales de aluminio. Se utiliza sobre todo en el tratamiento de agua potable.
- **Orgánicos**
 - *Naturales*: se obtienen a partir de productos naturales como extractos de algas (alginatos), de vegetales (almidones) o derivados de celulosa. Tienen una eficacia relativamente baja.
 - *Sintéticos*: se obtiene por asociación de monómeros simples sintéticos, algunos con cargas, denominados *polielectrolitos*.

Los floculantes mas utilizados en este laboratorio son los polielectrolitos, que los podemos diferenciar de varias maneras:

Según su carácter iónico

- *Polielectrolito no iónico*:
- *Polielectrolito aniónico*: tienen grupos ionizados negativamente (grupo carboxilo)
- *Polielectrolito catiónico*: tienen grupos ionizados positivamente (grupo amino)

Según su estado

- Base – agua (G, W,...): son productos algo viscosos.
- Base – aceite (AC): son productos muy viscosos.
- Sólidos catiónicos (CS): son productos sólidos.
- Sólidos aniónicos (AS): son productos sólidos.

Según su acción

- Actúan como coagulantes, rebajando la carga de las partículas, suelen ser polielectrolitos catiónicos. Las aguas residuales suelen estar cargadas negativamente.
- Forman puentes entre las partículas absorbidas por un mismo polímero, provocando su crecimiento.
- Provocan tanto la disminución de carga de las partículas como la formación de puentes entre ellas, suelen ser polielectrolitos catiónicos de alto peso molecular.

Decantación, flotación o filtración

Consiste en separar los floculos formados en el agua en el caso de las aguas residuales por decantación o flotación dependiendo de la densidad del floculo y del agua, o por filtración en el caso de fangos para separar el agua obtenida.

PREPARACIÓN DE DILUCIONES

La preparación de disoluciones a escala laboratorio deben realizarse con volúmenes y pesos precisos, y una buena homogenización para que las dosis empleadas después en los ensayos sean representativas y se llegue a una correcta conclusión de que productos son los mas adecuados para el tipo de agua y fango a estudiar.

Los productos químicos se pueden presentar en estado líquido o sólido.

COAGULANTES Y COADYUVANTES

FUNDAMENTO

Los coagulantes se preparan en un rango de concentración entre 10-50% (peso / volumen), mientras que la concentración en que se preparan los coadyuvantes oscila entre un 0.5-5%.

REACTIVOS

- Agua de la red
- Coagulante puro
- Coadyuvante puro

MATERIAL

- Matraz aforado de 500 ml y 1000 ml
- Tapón
- Pipetas automáticas de 1/5ml
- Pipetas graduadas clase A de 1ml
- Frasco lavador
- Pipeta desechable
- Vidrio de reloj
- Espátula
- Balanza analítica
- Vasos de precipitado
- Bote (500 ml) o tarrina (1000 ml)
- Rotulador indeleble

PROCEDIMIENTO

1. Realizar los cálculos del volumen o el peso a tomar a partir del volumen y el porcentaje de la disolución que queremos preparar.
2. Tomar el volumen o el peso de coagulante o coadyuvante puros necesario con el material correspondiente.

3. Disolver con agua si es necesario en un vaso de precipitado.
4. Poner una base de agua en le matraz aforado.
5. Echar el coagulante o coadyuvante disuelto en le matraz aforado.
6. Enrasar el matraz aforado con agua
7. Tapar el matraz aforado y agitar para homogenizar.
8. Echar la disolución en un envase y rotularlo.

FLOCULANTE (POLIELECTROLITOS)

FUNDAMENTO

Tanto los productos sólidos como líquidos, al unirse con el agua sin un correcto procedimiento de dispersión, dan lugar a la formación de grandes agregados de gel que son muy difíciles de disolver completamente. Por ello es necesaria una buena y determinada velocidad de agitación para asegurar la mezcla total y homogénea del producto en el agua.

Además, cada tipo de polielectrolito (según su estado) se prepara en este laboratorio a una concentración específica, ya que es la recomendada por el fabricante para una mayor eficacia, cómoda preparación y fácil dosificación en el ensayo.

Estas disoluciones pueden mantener su eficacia durante un periodo de más de 2-3 días. Después de este periodo de tiempo y dependiendo de las condiciones de almacenaje, se producirse una pérdida de efectividad.

REACTIVOS

- Agua de la red
- Flocculante puro

MATERIAL Y REACTIVOS

- Vaso de precipitado de 600 ml
- Probeta de 500 ml
- Jeringa de 5 ml
- Vidrio de reloj
- Espátula
- Balanza analítica
- Moscas
- Atrapa moscas
- Agitador magnético
- Bote de 500 ml
- Rotulador indeleble
- Papel de filtro

PROCEDIMIENTO

1. Medir 500 ml de agua de la red en una probeta y verterla en un vaso de precipitado.
2. Introducir una mosca, rotular el vaso con el nombre del polielectrolito a preparar y situar el vaso en el agitador magnético.
3. A continuación cuadro explicativo relacionando cada polielectrolito con su concentración y velocidad de preparación correspondiente.

POLIELECTROLITO	BASE - AGUAS	BASE - ACEITES	SÓLIDOS CATIONICOS	SÓLIDOS ANIONICOS
INICIAL IDENTIFICATIVA	W o G	AC	CS	AS
ESTADO	gel poco viscoso	gel muy viscoso	Polvo o perlas	Polvo o perlas
CONCENTRACION (%)	1	0,5	0,2	0,2
VOLUMEN (ml) PESO (g)	5	2,5	1	1
VOLUMEN DISOLUCION (ml)	500	500	500	500
VELOCIDAD INICIAL AGITACION (rpm)	600	400	600	600
VELOCIDAD FINAL AGITACION (rpm)	700 - 900	800 - 1000	700 - 900	700 - 900
ASPECTO FINAL	Transparente con/sin burbujas	Blanco opaco homogéneo	Transparente con/sin burbujas	Transparente con/sin burbujas

4. Una vez la disolución tenga el aspecto indicado (sin aglomeraciones), verterla en el envase y rotularlo con el nombre del polielectrolito y la concentración preparada.



Imagen 1



Imagen 2



Imagen 3

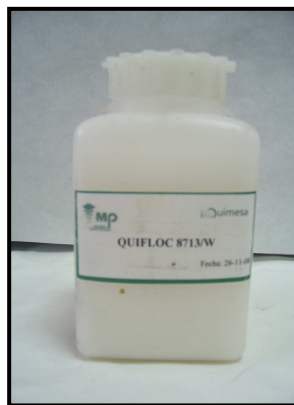


Imagen 4



Imagen 5

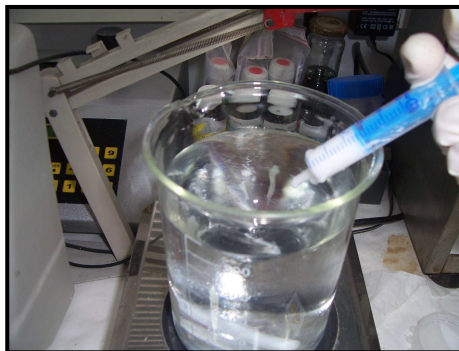


Imagen 6



Imagen 7



Imagen 8



Imagen 9



Imagen 10

ENSAYOS A ESCALA LABORATORIO

METODO “JAR TEST”

FUNDAMENTO

Se determina a escala laboratorio el mejor tratamiento físico-químico para un agua residual con el fin de reducir su contenido de sólidos en suspensión, partículas coloidales y otros materiales no sedimentables mediante coagulante, coadyuvante y floculantes.

Consiste en un dispositivo provisto de 6 puntos de agitación que permite agitar simultáneamente y a una velocidad determinada, el contenido de una serie de vasos.

REACTIVOS

- Coagulante
- Coadyuvante
- Floculante (polielectrolito)

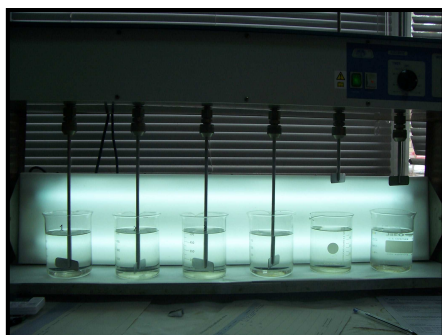
MATERIAL Y REACTIVOS

- Jar – Test
- Vasos de precipitado de 600 ml
- Probeta 500 ml
- Jeringas dosificadoras de 5 ml, 10 ml y 50 ml
- pH-metro
- Moscas
- Cubos
- Pala
- Agitador magnético
- Embudo
- Filtro de papel
- Probeta 500 ml

PROCEDIMIENTO

1. Homogenizar la muestra en un cubo, echar 300 ml en cada vaso de precipitado y situarlos en el punto de agitación del “Jar- Test” a 100 – 160 revoluciones por minutos (rpm). (**Imagen 1**)
2. **Coagulación:** añadir cantidades crecientes de coagulante diluido en los vasos, manteniendo una agitación de 150 – 160 revoluciones por minutos (rpm) para que la mezcla sea rápida, durante 3 – 10 minutos. (**Imagen 2**)
3. **Ajuste de pH:** medir y apuntar el pH de la muestra. Para corregir el pH, añadir poco a poco una base si queremos subirlo o un ácido para bajarlo, mientras la sonda del pH está introducido en la muestra. (**Imagen 3**)

4. **Floculación:** añadir el floculante (polielectrolito) adecuado para el tipo de muestra, con una agitación de 150 rpm que reparta el producto y reducir la agitación a 30 – 35 rpm para conseguir el crecimiento flocular. (**Imágenes 4 y 5**)
5. Parar el “Jar – Test” a los 5 – 10 minutos, y dejar reposar y por lo tanto sedimentar los floculos durante 5 – 30 minutos. (**Imagen 6**)
6. Apuntar el efecto que produce cada coagulante, coadyuvante y floculante combinado en el agua a tratar, así como los tiempo de formación, de sedimentación, aspecto, tamaño, forma del floculo en la hoja de “Tratabilidad de Aguas” . (**Imagen 7**)
7. El agua debe quedar todo lo transparente que se pueda, además de sin olor a ser posible. (**Imagen 8**)
8. Determinar la turbidez de la parte clarificada previamente reposada con la ayuda de una jeringa. (**Imagen 9**)
9. Por ultimo filtrar las muestras para realizar del agua clarificada la determinación de distintos parámetros (**Imagen 10**), tras rellenar una ***Solicitud de Petición de Analíticas:***
 - Sólidos en suspensión
 - Turbidez
 - DQO
 - pH
 - Conductividad
 - Aceite y grasa
 - Metales

**Imagen 1****Imagen 2****Imagen 3****Imagen 4**

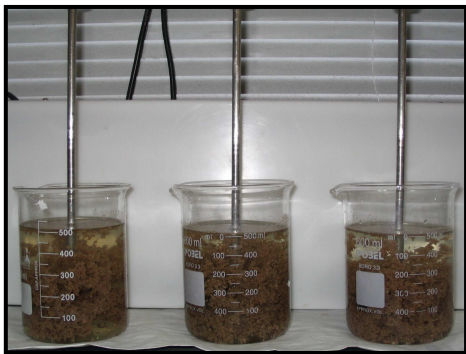


Imagen 5

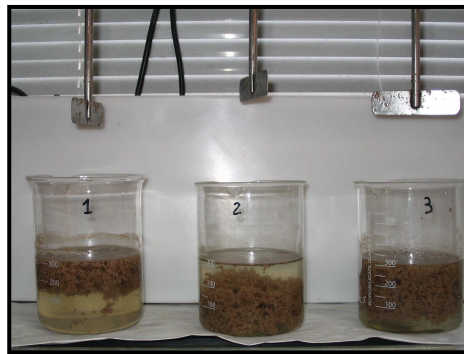


Imagen 6

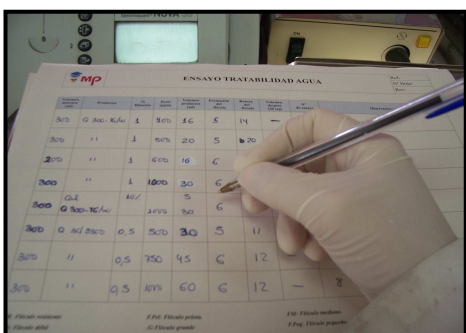


Imagen 7

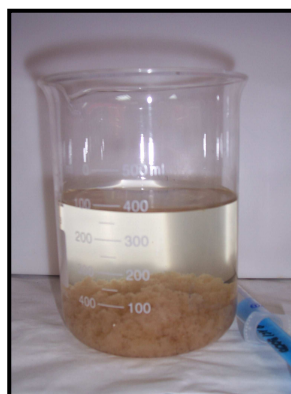


Imagen 8

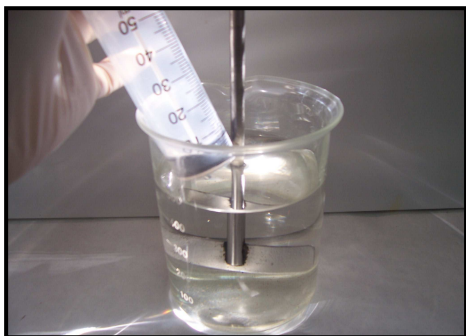


Imagen 9



Imagen 10

CONCLUSIONES

De todas las combinaciones de productos realizadas nos quedaremos con las tres que reúnan estas condiciones:

- Mayor floculo y resistencia.
- Menor turbidez, y por lo tanto mas clarificación.
- Menores dosis de productos químicos
- Mejores resultados de los parámetros realizados del agua clarificada.

Y así obtendremos los tratamientos concluyentes, que serán enviados al cliente en un Informe Técnico (anexo) con toda la información y fotos necesarias para demostrar los resultados.

Imágenes de muestras tratadas más representativas:

Ensayos de Tratabilidad de aguas A



Muestra original



Ensayo 1



Jar-Test con muestras originales

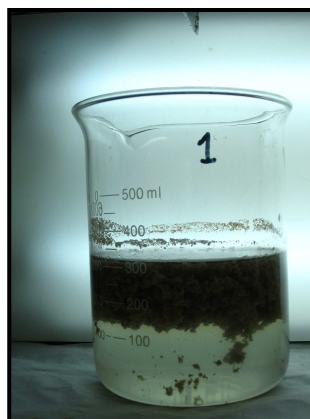


Jar-Test con muestras tratadas

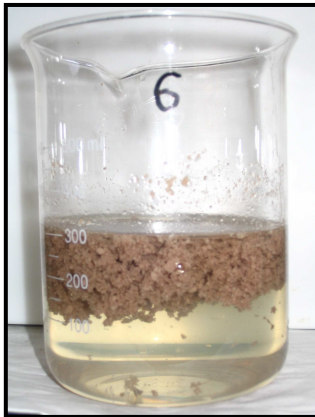
Ensayos de Tratabilidad de Aguas B



Muestra original



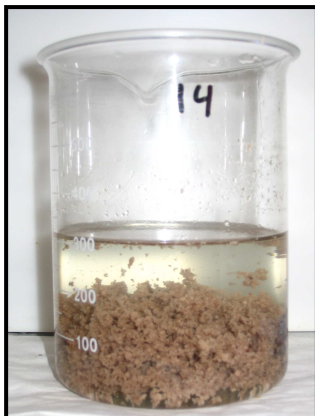
Ensayo 1



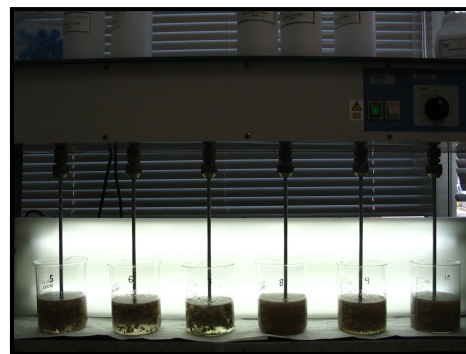
Ensayo 6



Ensayo 13



Ensayo 14



Jar-Test con muestras tratadas

METODO “TRASVASE”

FUNDAMENTO

Se determina a escala laboratorio el mejor tratamiento físico-químico para un fango residual con el fin de extraer el agua que este contenga mediante coagulante, coadyuvante y floculantes.

Consiste en 20 trasvases del fango entre dos vasos de precipitado de plástico a un ritmo constante, observando la evolución floculo.

REACTIVOS

- Coadyuvante
- Floculante (polielectrolito)

MATERIAL Y REACTIVOS

- Vasos de precipitado de vidrio de 600 ml
- Vasos de precipitado de plástico de 600 ml
- Jeringas dosificadoras de 5 ml y 10 ml
- Probeta 500 ml
- Cubos
- Pala
- Tamiz
- Embudo
- Reloj avisador

PROCEDIMIENTO

1. Homogenizar la muestra en un cubo, echar 300 ml en el vaso de precipitado de plástico. **(Imagen 1)**
2. **Coagulación:** en los fangos no es necesaria la coagulación.
3. **Ajuste de pH:** medir y apuntar el pH de la muestra. Para corregir el pH, añadir poco a poco coadyuvante que puede ser una base si queremos subirlo o un ácido para bajarlo, mientras la sonda del pH está introducida en la muestra.
4. **Floculación:** añadir el floculante (polielectrolito) adecuado para el tipo de muestra y realizar 20 trasvases a ritmo constante para conseguir el crecimiento flocular. **(Imagen 2)**
5. Apuntar el efecto que produce cada coagulante, coadyuvante y floculante combinado en el fango a tratar, así como el número del trasvase en que se forma y/o se rompe el floculo, aspecto, tamaño, forma del floculo,..en la hoja de “Tratabilidad de Fangos”. **(Imagen 3)**
6. El agua extraída debe quedar todo lo transparente que se pueda, además de sin olor a ser posible. **(Imagen 4).**
7. Determinar el volumen del desgate en 30 segundos: consiste en filtrar en un tamiz, posado en un embudo y a su vez apoyado en una probeta, el fango tratado y apuntar el volumen alcanzado del agua filtrada en 30 segundos. **(Imagen 5 y 6)**
8. Determinar la turbidez del desgate.

9. Por ultimo realizar opcionalmente del agua del desgote la determinación de distintos parámetros:

- Sólidos en suspensión
- DQO
- pH
- Conductividad
- Aceite y grasa
- Metales



Imagen 1



Imagen 2

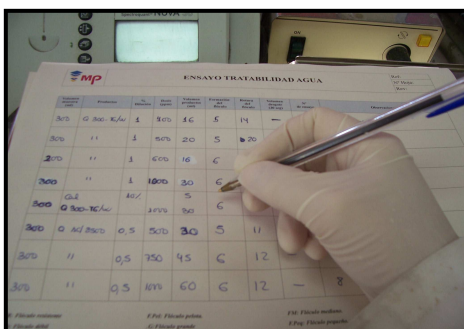


Imagen 3

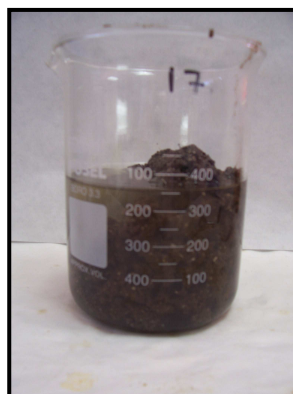


Imagen 4



Imagen 5

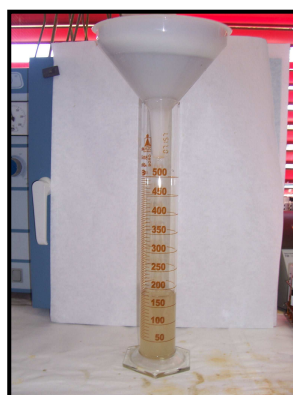
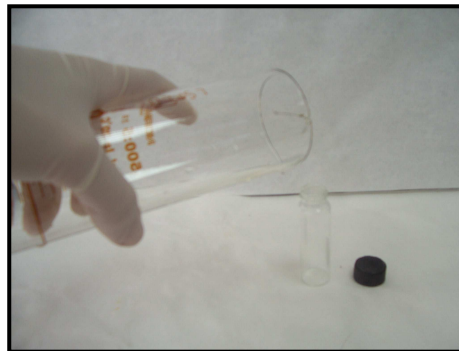


Imagen 6

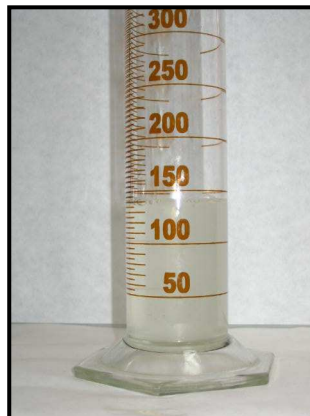
**Imagen 7****Imagen 8**

CONCLUSIONES

Se seguirán los mismos pasos que en el método “Jar – Test”.

Imágenes de muestras tratadas más representativas:

Ensayos de Tratabilidad de fangos A

**Muestra original****Ensayo finalizado****Floculo****Agua desgate**

Ensayos de Tratabilidad de Aguas B



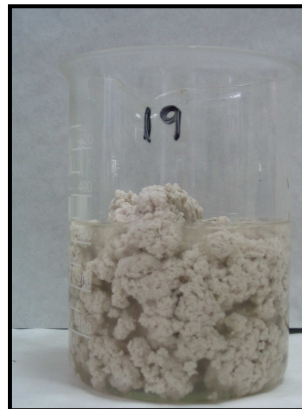
Muestra original



Ensayo 14



Ensayo 15



Ensayo 19



Floculo



Agua desgote

OBSERVACIÓN MACROSCÓPICA Y MICROSCÓPICA DE FANGOS ACTIVADOS

TRATAMIENTO BIOLÓGICO

El tratamiento biológico consiste en la eliminación y estabilización de la materia orgánica coloidal y disuelta presente en el agua residual mediante la intervención de un cultivo de microorganismos (*licor mezcla*), que la transforman en materia (*floculos*) fácilmente separable por medios físicos. Este tipo de tratamiento biológico es conocido como *Fangos Activados*.

Factores que influyen en los fangos activados:

- Características del vertido
- Nutrientes
- Suministro de oxígeno
- Sustancias inhibidoras o tóxicas
- Temperatura
- pH
- Tipo de microorganismos

De todos ellos dependerá el que existan unos u otros tipos de microorganismos, pero los principales son:

- Bacterias
- Protozoos
- Hongos
- Algas
- Rotíferos
- Nematodos
- Pequeños Invertebrados inferiores

Las bacterias, hongos y algunos protozoos flagelados son microorganismos descomponedores. Los protozoos y metazoos (rotíferos y nematodos) son microorganismos consumidores.

OBSERVACIÓN DE FANGOS ACTIVADOS

OBSERVACIÓN MACROSCÓPICA

FUNDAMENTO

Consiste en una serie de determinaciones de carácter organoléptico a partir de la muestra situada en un vaso de precipitado que nos proporcionara información sobre el estado del tratamiento biológico.

MATERIAL

- Vaso de precipitado de vidrio de 600 ml o cono Imhoff

PROCEDIMIENTO

1. Verter la muestra en un vaso de precipitado de vidrio o en un cono Imhoff
2. Dejar en reposo 30 minutos (procedimiento V-30)
3. Interpretar el resultado y rellenar una hoja de “Flora”.

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

A. Olor:

- *Tierra húmeda o moho*: indica un fango activado en buen estado.
- *Huevos podridos*: indica que se están produciendo procesos de fermentación por ausencia de oxígeno; es originado por el ácido sulfhídrico generado.
- *Agrio o ácido*: indica escasa aireación.

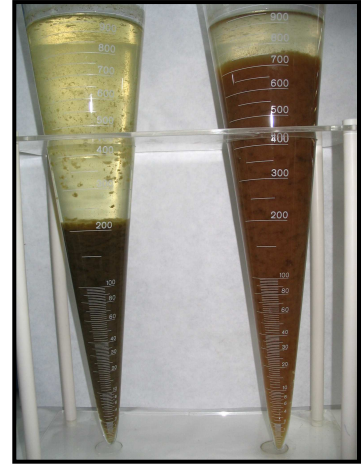
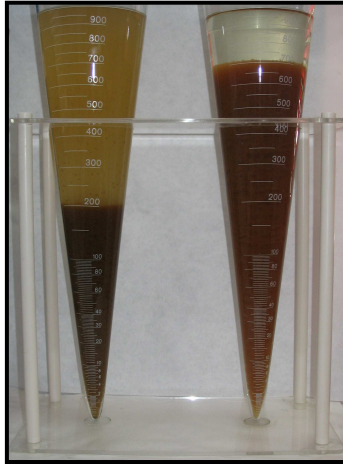
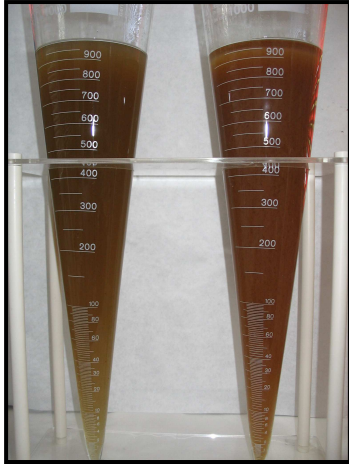
B. Color del floculo:

- *Marrón*: indica un fango activado en buen estado.
- *Negro*: indica falta de oxígeno, típico de procesos de fermentación anaerobia.
- *Gris*: típicos también de fermentaciones.

C. Velocidad de sedimentación

- *Si el fango sedimenta rápidamente, dejando un efluente claro y una separación marcada entre ambas fases*: indica un fango activado en buen estado.
- *Si la sedimentación es rápida pero el sobrenadante queda turbio y el fango es excesivamente compacto y denso*: indica una ausencia total del proceso biológico y la presencia de arenas en el fango.
- *Si el fango sedimenta correctamente pero queda también una capa de fango en la superficie*: indica la presencia no excesiva de bacterias filamentosas.

- *Si el fango es del característico color marrón pero sedimenta lentamente:* indica la presencia excesiva de bacterias filamentosas.
- *Si el fango sedimenta a velocidad correcta pero tras unos minutos asciende gran parte a la superficie:* indica falta de oxígeno típico o de fermentaciones anaerobias ,en las que el metano generado hace ascender el fango, o de procesos de desnitrificación, donde el nitrógeno generado es el responsable de la subida del fango.



Arriba, imágenes consecutivas en el tiempo del resultado de una V-30. Esta sería la mejor manera de observar la velocidad de sedimentación de una muestra, pero también es válido en un vaso de precipitado

OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA

FUNDAMENTO

Consiste en observar las características del floculo bacteriano y en reconocer e identificar los distintos tipos de microorganismos más característicos que pueden encontrarse en los fangos activados, todos ellos indicadores del estado de tratamiento de depuración.

MATERIAL

- Vaso de precipitado de vidrio de 600 ml
- Pipeta Pasteur desechable.
- Portaobjeto
- Cubreobjetos
- Microscopio óptico (10 y 40 aumentos)
- Camara Kodak EasyShare CX 7525 (5.0.MEGAPIXELS)

PROCEDIMIENTO

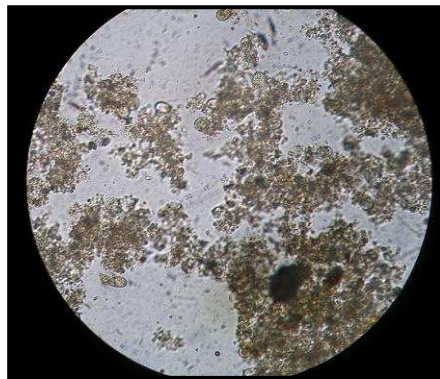
1. Verter la muestra en un vaso de precipitado de vidrio.
2. Agitar la muestra y tomar una porción con la pipeta.
3. Colocar una gota en el portaobjetos y situar encima el cubreobjetos.
4. Poner el portaobjeto en el microscopio óptico y observar las características del floculo (*) en el aumento de 4x, empezar a rellenar una hoja de “*Flora*” (anexo).
5. Dejar la muestra en reposo entre 15 – 30 minutos para tener la microfauna concentrada.
6. Tomar una porción de muestra de la parte sedimentada.
7. Colocar una gota en otro portaobjetos y situar encima otro cubreobjetos.
8. Poner el portaobjeto en el microscopio óptico e identificar los microorganismos (**) primero en el aumento de 4x y luego en el aumento de 10x.
9. Seguir rellenando la hoja de “*Flora*” (anexo).
10. Realizar tres veces las operaciones del punto 5 al 9 para que los resultados sean representativos.

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

A. Características del floculo (*)

- *Concentración:* dependiendo de la cantidad de materias orgánica y en suspensión del agua residual, distinguiremos 4 niveles:
 - Baja
 - Media
 - Alta
 - Muy alta
- *Tamaño:* dependiendo de la edad del fango, la disponibilidad de sustrato y de oxígeno, distinguiremos 3 niveles:
 - Floculos menores de 150 mm

- Floculos de 150 – 500 mm
 - Floculos superiores de 500 mm
-
- *Estructura:* dependiendo del tipo de red formada por los floculos, es decir, del grado de coherencia entre estos, distinguiremos 4 tipos:
 - Pin-point floc
 - Disgregada
 - Abierta
 - Ideal
 - *Filamentosas asociadas al floculo:* dependiendo del tipo filamentosa y su concentración, distinguiremos 4 niveles:
 - Menos de 5 filamentosas por floculo
 - Entre 5 y 20 filamentosas por floculo
 - Mas de 20 filamentosas por floculo



Floculos al microscopio

B. Identificación de microorganismos ()**

En los fangos activados se encuentran una amplia variedad de microorganismos que se desarrollan en este pequeño ecosistema, y su identificación no es más que una vez encontrado el microorganismo en el microscopio, buscar sus características en un atlas de Microbiológica de Fangos Activados.

A continuación muestro algunos de los microorganismos encontrados e identificados en las distintas aguas residuales que trabaja el laboratorio.

BACTERIAS

BACTERIAS FILAMENTOSAS

Constituyen junto con los protozoos, una de las poblaciones mayoritarias y más importantes en los sistemas de tratamiento de aguas residuales. Las distintas actividades bioquímicas de las bacterias como grupo, les permiten metabolizar la mayor parte de los compuestos orgánicos que se encuentran en las aguas residuales.

Son microorganismos heterótrofos, es decir, utilizan la materia orgánica como fuente de carbono. En los tratamientos aerobios encontraremos bacterias aerobias y facultativas, mientras que en los tratamientos anaerobios encontraremos bacterias anaerobias y facultativas. Su tamaño oscila entre 0,5 y 5 mm.

Una característica importante de algunas bacterias es su capacidad de flocular. Los flóculos que se forman, están constituidos por bacterias unidas unas a otras y también por partículas orgánicas e inorgánicas. Gracias a la formación estos flóculos, los fangos sedimentarán mejor y producirán un efluente final más transparente y de mejor calidad.

Microthrix parvicella

TAXONOMIA

- **Reino :** Procaryotae
- **Subreino:** Eubacterias
- **Philum:** Actinomycete
- **Genero:** *Microthrix*
- **Especie:** *Microthrix parvicella*

DESCRIPCION

Son filamentos largos, delgados y curvados, que suelen formar verdaderas marañas alrededor del floculo o atravesandolo. No presentan ramificaciones ni vaina.



Microthrix parvicella

SIGNIFICADO Y POSIBLES CAUSAS

Muy frecuentes en depuradoras de aireación prolongada o de tipo convencional. Son compatibles con microflora abundante y con otras bacterias filamentosas. Se ve favorecido por un pH ligeramente alcalino y presencia de grasas en el efluente.

PROBLEMA OCASIONADO

Perdida de floculo en el decantador y presencia de natas en la superficie de los reactores, aunque si el decantador es suficiente en cuanto a dimensiones, incluso da un efluente de buena calidad.

POSIBLES SOLUCIONES

- Reducir al máximo las grasas del efluente.
- Regular el pH, próximo a neutro.
- Aumentar la aireación.

PROTOZOOS

PROTOZOOS CILIADOS PEDUNCULADOS (PERITRICOS)

Tienen un pedúnculo que puede ser fijo o contráctil, con el cual se fijan a los flóculos. Algunos están solos y otros forman colonias, se alimentan de bacterias libres. Generalmente son signo de un fango activado estable y las especies encontradas pueden utilizarse como indicadores aproximados del tiempo de retención medio de la planta. Los formadores de colonias aparecen en sistemas con altos tiempos de retención medio.

Thuricola s.p.

TAXONOMIA

- **Reino :** Protista
- **Subreino:** Protozoo
- **Phylum:** Ciliophora
- **Clase:** Oligohymenophorea
- **Subclase:** Peritrichia
- **Orden:** Peritrichida
- **Suborden:** Sessilina
- **Familia:** Vaginacolidae
- **Genero:** *Thuricola s.p.*

DESCRIPCION

Esta formado por un caparazón (auriga) al que se fija por la base mediante un corto pedúnculo. Tienen un aspecto alargado, cilíndrico y con capacidad contráctil. Un mismo caparazón puede albergar uno o dos individuos.

Tamaño: 50 – 300 µm.



Thuricola s.p.

SIGNIFICADO Y POSIBLES CAUSAS

Su presencia esta asociada a rendimientos de depuración muy altos. Aparece en sistemas de aireación prolongada con muy baja carga de materia organica y tiempos de retencion muy altos.

Vorticella convallaria

TAXONOMIA

- **Reino :** Protista
- **Subreino:** Protozoo
- **Philum:** Ciliophora
- **Subfylum:** Intramacronucleata
- **Clase:** Oligohymenophorea
- **Subclase:** Peritrichia
- **Orden:** Peritrichida
- **Suborden:** Sessilina
- **Familia:** Vorticellidae
- **Genero:** *Vorticella*
- **Especie:** *Vorticella convallaria*

DESCRIPCION

Protozoo solitario, fijo al sustrato mediante pedúnculo contráctil y fino. La célula tiene forma de campana invertida y en su interior próxima a la cavidad oral tiene una vacuola contráctil rica en vacuolas alimentarias. Se alimenta de bacterias libres (bacteriofago).

Tamaño: 30 – 120 µm.



Vorticella convallaria

SIGNIFICADO Y POSIBLES CAUSAS

Es una de las especies del género *Vorticella* más frecuentes en fangos activados. Habita en medios con cierta cantidad de materia orgánica y se desarrolla en sistemas de fangos activos cuando su funcionamiento es estable.

PROTOZOOS CILIADOS REPTANTES (ESPIROTRICO)

Las células presentan estructuras ciliares, fundamentales en la locomoción y captura de alimentos, es decir, reptan sobre el fango alimentándose de las bacterias que encuentran a su paso.

Euplotes s.p.

TAXONOMIA

- **Reino :** Protista
- **Subreino:** Protozoo
- **Phylum:** Ciliophora
- **Subphylum:** Intramacronucleata
- **Clase:** Poligohymenophorea
- **Subclase:** Spirotrichia
- **Orden:** Hypotrichida
- **Suborden:** Sporadotrichina
- **Familia:** Euplotidae
- **Genero:** *Euplotes s.p.*

DESCRIPCION

Cuerpo elipsoidal comprimido dorsoventralmente, es decir, lado ventral aplanado y lado dorsal algo abombado. Posee un collar de cirios en la parte anterior, cirios ventrales motrices y también cirios trasversales. Se alimenta de bacterias floculantes. Se desplaza rápidamente con movimientos rotatorios e incluso a saltos.

Tamaño: 90 – 180 µm



Euplotes s.p.

SIGNIFICADO Y POSIBLES CAUSAS

Genero de la familia *Euplotidae* característico de fangos activados. Se asocian a un afluente de buena calidad, aunque no son muy abundantes.

METAZOOS

ROTIFEROS

Son organismos pluricelulares, son más complejos que los protozoos. La mayoría son móviles. Se encuentran en sistemas estables y con oxígeno disuelto sobrante. Metabolizan partículas sólidas y se alimentan de protozoos y bacterias. Contribuyen a la clarificación del efluente. Algunas especies contribuyen a la formación del flóculo.

Philodina s.p.

TAXONOMIA

- **Reino :** Protista
- **Subreino:** Protozoo
- **Phylum:** Rotifera
- **Clase:** Bdelloidea
- **Orden:** Bdelloida
- **Familia:** Philodinidae
- **Genero:** *Philodina s.p.*

DESCRIPCION

Cuerpo alargado con dos manchas oculares sobre el cerebro. Consta de un aparato rotatorio muy ostentoso que retrae y extiende constantemente. El pie esta formado por cuatro dedos.

Tamaño: 320 – 550 µm.



Philodina s.p.

Rotífero en movimiento



SIGNIFICADO Y POSIBLES CAUSAS

Su presencia esta condicionada por la edad del fango, que suele ser alta y con una carga débil de materia orgánica, característica de depuradora con aireación prolongada. Si aparecen en gran numero indican un buen nivel de depuración.

CONCLUSIONES

En la actualidad, la depuración de los vertidos es una parte fundamental de la gestión ambiental en cualquier industria.

Tras mi estancia en este Laboratorio Físico-químico, me he dado cuenta del gran papel que juega las depuradoras en la eliminación de contaminantes de los vertidos de las industrias.

Es impactante en que estado se recibe una muestra no tratada. Con los distintos tratamientos, y el concreto el físico-químico y el biológico que son los que he tenido el privilegio de conocer y aprender, se obtiene un efluente muy clarificado y los valores de los parámetro por debajo de lo exigido por la ley.

ANEXOS

ANEXO 1

Logo y nombre empresa	SOLICITUD DE PETICION DE ANALITICAS	Ref.: Hoja: Rev.:
--------------------------	--	-------------------------

Delegacion:	Codigo oferta / Obra / Mantenimiento:	
Origen:	Tlf.:	Fax:
	Persona de contacto:	
Direccion:		

	PUNTO DE MUESTREO	PERIODICIDAD
1		
2		
3		
4		

(marcar con una cruz)

PARAMETRO	1	2	3	4	5	6	PARAMETRO	1	2	3	4	5	6
pH							Sulfuros						
Conductividad							SO ₄ ⁻						
S.S.							COT						
S.S.V							COV						
S.T							Cloro libre						
S.V							Cloro comb.						
S.Sedimentables							Cloro total						
Aceite y grasa							Salmonella						
Flora							S. Aureus						
DQO							E. Coli						
Fósforo total							Bacterias 37°C						
NH ₄ ⁺							Bacterias 22°C						
NO ₃							C.Fecales						
NO ₂ ⁻							C. Totales						
N-NH ₄ ⁺							Legionella						
N- NO ₃							Pseudomonas						
Nitrógeno T.							Algas						
Fluoruros							Nematodos						
Cloruros							Temperatura						

Fecha petición:	Nombre completo y firma del solicitante:
------------------------	---

ANEXO 2

Logo y nombre empresa	SOLICITUD DE PETICION DE TRATABILIDADES	Ref.:
		Hoja:
		Rev.:

Fecha:	
Cliente:	
Delegación:	
Sector:	
pH:	
Nº de Tratabilidad:	

CARACTERIZACIÓN DE LA MUESTRAS:

CONCLUSIONES:

ANEXO 3

Logo y nombre empresa		REGISTRO DE CONTROL DE MUESTRAS RECIBIDAS						Ref.: <div style="border: 1px solid black; height: 20px; width: 100%;"></div>		
								Hoja: <div style="border: 1px solid black; height: 20px; width: 100%;"></div>		
								Rev.: <div style="border: 1px solid black; height: 20px; width: 100%;"></div>		
Cliente	Departamento Código	Fecha de toma	Fecha de recepción	Enviado laboratorio externo		Fecha de envío	Naturaleza	Envase		Observaciones
				SI	NO			P	V	

ANEXO 4

[illegible]

ANEXO 5

[illegible]

ANEXO 6

Logo y nombre empresa	PARTE DIARIO DE ANALITICAS	Ref.:
		Hoja:
		Rev.:

[illegible]

ANEXO 7

Logo y nombre empresa	FICHA DE ANALITICAS	Ref.: <input type="text"/>
		Hoja: <input type="text"/>
		Rev.: <input type="text"/>

Nº de muestra: <input type="text"/>	Fecha de recepción: <input type="text"/>
-------------------------------------	--

(En esta zona van combinadas distintas tablas de analíticas ya descritas en los subapartados “REGISTRO DE ANALITICAS” del apartado “ANALITICAS”. En estos se apuntan los valores obtenidos y los resultados de los cálculos)

ANEXO 8

Logo y nombre empresa	FICHA DE FLORA	Ref.: <input style="width: 90%;" type="text"/>
		Hoja: <input style="width: 90%;" type="text"/>
		Rev.: <input style="width: 90%;" type="text"/>

N° de muestra: <input style="width: 95%;" type="text"/>	Fecha de recepción: <input style="width: 95%;" type="text"/>
---	--

CARACTERISTICAS DEL FLOCULO (marcar con una X)

Olor	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Color	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Sobrenadante	<input style="width: 95%;" type="text"/>

Velocidad de decantación	Lenta	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Normal	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Rápida	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Concentracion	Baja	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Media	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Alta	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Muy alta	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Medida	Pequeño (<150 mm)	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Medio (150<500 mm)	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Grande (>500 mm)	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Estructura	Pin-point flor	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Disgregada	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Abierta	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Ideal	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Filamentosa asociadas al floculo	<5 por floculo	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	5-10 por floculo	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	>20 por floculo	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Filamentosa en disolución	Alta	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	Baja	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	ausencia	<input style="width: 95%;" type="text"/>
Puentes interfloculares	Ausencia	<input style="width: 95%;" type="text"/>
	presencia	<input style="width: 95%;" type="text"/>

DIVERSIDAD DE MICRORORGANISMOS

.....

.....

.....

CONCLUSIONES

.....

.....

ANEXO 9

Logo y nombre de la empresa		FICHA DE TRATABILIDAD DE AGUAS						Ref.:
								Hoja:
								Rev.:
Volumen muestra(ml)	Producto	% Dilución	Dosis (p.p.m)	Volumen producto(ml)	Tiempo de medición	Turbidez (NTU)	Nº de ensayo	Observaciones

F.R. = Floculo resistente	F.Ra. = Floculo rápida	F.N. = Floculo normal	F.Dec = Floculo decantable
F.D. = Floculo débil	F.L. = Floculo lenta	F.Flote. = Floculo flotable	F.Es = Floculo espontanea

ANEXO 10

Logo y nombre empresa		FICHA DE TRATABILIDAD DE FANGOS							Ref.: Hoja: Rev.:	
Volumen muestra (ml)	Producto	% Dilución	Dosis (p.p.m)	Volumen producto (ml)	Formación del floculo	Rotura del floculo	Volumen desgote (30s)	Turbidez (NTU)	Nº de ensayo	Observaciones

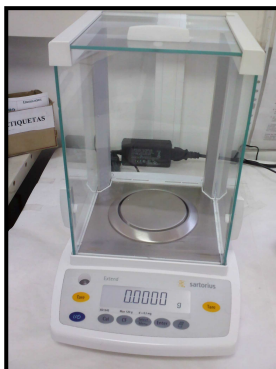
F.R. = Floculo resistente	F.Pel. = Floculo pelota	F.M. = Floculo mediano	T.S = Torta seca
F.D. = Floculo débil	F.G. = Floculo grande	F.Peq. = Floculo Pequeño	T.H = Tarta humeda

ICONOGRAFÍA

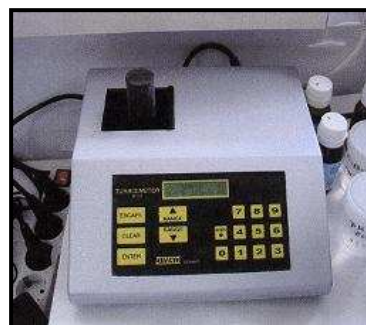
Aparatos



Balanza de precisión



Balanza analítica



Turbidímetro



Termoreactor



Espectrofotómetro



pH-metro



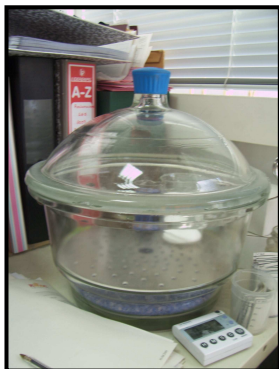
Conductímetro



Agitador magnético



Sistema de filtración



Desecador



Horno Mufla



Estufa



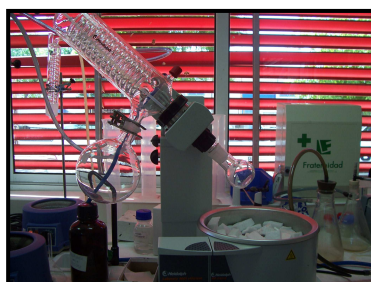
Ph-metro portátil



Conductimetro portátil



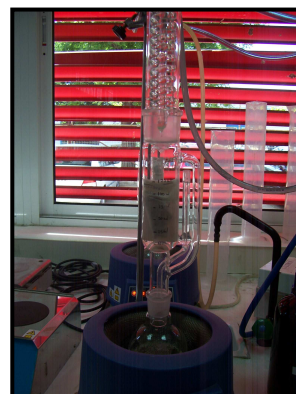
Jar - Test



Rota -vapor



Embudo Buchner



Soxhlet

Material



Reloj avisador



Frasco lavador



Pinzas



Nevera portátil



Pegatinas de kit



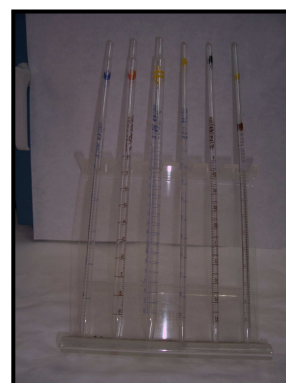
Jeringas y pipetas



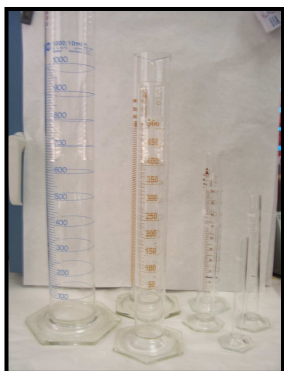
Pipetas automáticas



Pera de goma



Pipetas



Probetas



Moscas



Espátulas



Conos Imhoff



Gafas, mascarilla y guantes



Cubos

Productos químicos



Acido sulfúrico



Éter de petróleo



Floculantes

BIBLIOGRAFIA

- Protocolos de analíticas, MP.
- Libro “Tratamiento Físico-químico”, MP.
- Libro “Microbiología de la Depuración mediante Fangos Activados”, AGEVASA
- Atlas electrónico de Ciliados Y Otros Microorganismos Frecuentes en Sistemas
- www.avantel.net
- www.cio.mx
- www.prueba2.aguapedia.org
- www.drpez.com
- www.tecnum.es
- www.sisbib.unmsm.edu.pe
- www.wikilibros.com
- www.ambientum.com/diccionario/a.asp
- www.mpcorporacion.com/

AGRADECIMIENTOS

Este proyecto no hubiera sido posible sin las grandes profesionales Elena y Ana, que han tenido paciencia y comprensión desde el principio y a lo largo de los dos meses de prácticas. Me han proporcionado todas las facilidades que han podido y el ambiente de trabajo era estupendo, sin olvidar que desde el primer momento han confiado en mi. Ambas componen el equipo técnico de laboratorio y son con quien he vivido esta experiencia.

Con Elena he aprendido todo lo relacionado con el tratamiento físico-químico, los Ensayos de Tratabilidad de Aguas y Fangos, así como las turbideces y filtraciones que le prosiguen, la preparación de coagulantes, coadyuvantes y floculantes.

Mientras que Ana me ha enseñado a ejecutar todas las analíticas, realizar cálculos, rellenar registros e iniciarme en la identificación microscópica de Fangos Activados.



De izquierda a derecha. Elena, Ivonne y Ana

GRACIAS