



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ

COMITÉ DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO MUNICIPAL DE
COMITÁN DE DOMÍNGUEZ (COAPAM)

ANÁLISIS DEL SISTEMA LAGUNAL DE LA PLANTA DE TRATAMIENTO
DE AGUAS RESIDUALES MUNICIPALES DE COMITÁN.

GUILLERMO HERRERA GABRIEL

ASESOR INTERNO: ING. HUMBERTO TORRES JIMÉNEZ

ASESOR EXTERNO: BIOL. JOSÉ LUIS ROBLES GÓMEZ

COMITÁN DE DOMÍNGUEZ, CHIAPAS 10 DE ENERO DE 2013

ÍNDICE

I.- Introducción.....	1
II.- Justificación.....	1
III.- Objetivos.....	3
III.1.- Objetivo general	
III.2.- Objetivos específicos	
IV.- Caracterización del área.....	4
IV.1.- Organigrama de la empresa	
V.- Problemas a resolver.....	5
VI.- Alcances y limitaciones.....	5
VII.- Fundamento teórico.....	8
VII.1.- Tratamiento de las aguas residuales.....	8
VII.2.- Tratamiento previo o pretratamiento.....	8
VII.3.- Tratamiento primario.....	9
VII.4.- Tratamiento secundario.....	9
VII.5.- Tratamiento terciario.....	11
VII.6.- Lagunas de estabilización.....	15
VII.6.1.- Tipos de lagunas estabilización.....	15
VII.6.1.1.- Lagunas aerobia.....	16
VII.6.1.2.- Lagunas anaerobias.....	17
VII.6.1.3.- Lagunas facultativas.....	20
VII.6.2.- Microbiología del proceso.....	23
VII.6.3.- Factores que afectan a la depuración en lagunas	

facultativas.....	23
VII.6.4.- Flujo a través de las lagunas.....	28
VII.6.5.- Profundidad.....	28
VII.6.6.- Factores químicos y bioquímicos.....	29
VII.6.7.- Nutrientes.....	31
VII.6.8.- Eliminación de patógenos en balsas de maduración.....	42
VII.6.10.- Análisis de contaminantes.....	43
VII.6.10.1.- Métodos analíticos para la determinación de compuestos inorgánicos.....	44
VIII.- Procedimiento y descripción de las actividades realizadas	
VIII.1.- Determinación de caudal de agua residual de entrada.....	46
VIII.2.- Determinación de las dimensiones de las lagunas de oxidación.....	46
VIII.3.- Análisis de contaminantes presentes en el flujo de entrada.....	47
VIII.3.1.- Aplicación de la NMX-AA-003-SCFI-1980 para el muestreo en aguas residuales.....	47
VIII.3.2.- Aplicación de la NMX-AA-007-SCFI-2000 para la determinación de temperatura.....	53
VIII.3.3.- Aplicación de la NMX-AA-008-SCFI-2011 para la determinación del pH.....	57
VIII.3.4.- Determinación de conductividad eléctrica.....	61

VIII.3.5.- Aplicación de la NMX-AA-006-SCFI-2010 para la determinación de materia flotante.....	65
VIII.3.6.- Aplicación de la NMX-AA-034-SCFI-2001 para la determinación de sólidos y sales.....	67
VIII.3.7.- Aplicación de la NMX-AA-004-SCFI-1977 para la determinación de sólidos sedimentables.....	74
VIII.3.8.- Aplicación de la NMX-AA-036-SCFI-2001 para la determinación de acidez y alcalinidad.....	76
VIII.3.9.- Aplicación de la NMX-AA-005-SCFI-2000 para la determinación de grasas y aceites.....	83
IX.- Resultados, planos, gráficos, prototipos y programas resultados.....	87
IX.1.- Medición del caudal.....	87
IX.2.- Dimensiones de las lagunas.....	88
IX.3.- Hojas de registro de muestreo.....	91
IX.4.- Resultados de análisis de contaminantes.....	95
IX.5.- Gráficos de análisis de contaminantes.	97
X.- Conclusiones y recomendaciones.....	99
XI.- Fuentes de información.....	101
XII.- Anexos.....	101
XII.1.- NMX-AA-083-SCFI-1982 Determinación De Olor.....	102
XII.2.- NMX-AA-042-SCFI-1987 Determinación del Número Más Probable (nmp) de Coliformes Totales, Coliformes Fecales (Termo Tolerantes)	

Y Escherichia Coli Presuntiva.....	118
XII.- NMX-AA-073-SCFI-2001 Determinación	
de Cloruros Totales.....	130
XII.- Determinación de Materia Orgánica.....	135

I. INTRODUCCIÓN

El presente trabajo expone las características del sistema de lagunas de la planta de tratamiento de aguas residuales urbanas de la ciudad de Comitán así como los análisis determinados por las Normas Mexicanas para la cuantificación de contaminantes presentes en las aguas residuales establecidos por la Norma Oficial Mexicana NOM-001- ECOL.

Se presentan sugerencias que servirán como base para un óptimo funcionamiento del proceso.

II. JUSTIFICACIÓN

La caracterización de las aguas residuales está relacionada con una mezcla compleja de compuestos orgánicos e inorgánicos, los cuales determinan el tipo, diseño y dimensionamiento de la planta de tratamiento.

De acuerdo al archivo “Terminación Y Rehabilitación De La Planta De Tratamiento De Aguas Residuales de Comitán” para el diseño de la planta, no se realizó ninguna caracterización de las aguas residuales, sino la caracterización de la calidad del agua se hizo por homologación con otras poblaciones que tienen similares condiciones socioeconómicas, climáticas y orográficas. En la tabla I se presenta las características más relevantes correspondientes a la calidad de las aguas residuales que se estima aportará la población en las condiciones del proyecto.

Tabla I: Características de la calidad del agua que se estima aportará la población de Comitán de Domínguez, en las condiciones de proyecto.

CONCEPTO	VALOR PROMEDIO ADOPTADO
Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)	300 mg/l
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	500 mg/l
Sólidos Suspendidos totales (SST)	500 mg/l
Temperatura	22°C
Número más probable de coliformes (NMP)	1x 10 ⁸ NMP/100 ml

La planta de tratamiento de COAPAM consta de un sistema de lagunas con tres módulos de tratamiento, cada uno está constituido por una laguna de estabilización anaerobia y una laguna de estabilización facultativa, conectadas en serie, donde se lleva a cabo la depuración biológica de las aguas residuales que finalmente son vertidas en el río Grande.

Actualmente no existe información de la concentración de contaminantes del agua residual de tratada. Tampoco existe un tratamiento sistemático de lodos, desconociendo finalmente si las lagunas de oxidación cumplen con la eficiencia del tratamiento al que fue diseñado.

De acuerdo a las normas NOM-001-ECOL-1996, NOM-002-ECOL-1996, NOM-003-ECO-1997, NOM-004-SEMARNAT-2002 es necesario llevar un control de calidad la planta en beneficio tanto de la salud pública de esta localidad como para el personal que labora en la planta. Los resultados de este proyecto servirán como base de un buen planteamiento y un proceso organizado del funcionamiento de la planta.

III. OBJETIVOS

III.1.- OBJETIVO GENERAL

- Conocer las características físicas de la planta de tratamiento de aguas residuales de la Cd. de Comitán y las características físicas y químicas de las aguas residuales que se reciben en la planta, como parte del proceso para determinar las desviaciones en la eficacia del tratamiento

III.2.- OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar el caudal de entrada a la planta.
- Determinar las dimensiones de la laguna anaerobia y facultativa del módulo “a”.
- Diseñar las hojas de registro para el muestreo.
- Determinar la concentración de sólidos y sales en el flujo de entrada
- Determinar la conductividad eléctrica en el flujo de entrada.
- Determinar la concentración de materia flotante en el flujo de entrada.
- Determinar la concentración de la acidez y la alcalinidad en el flujo de entrada.
- Determinar la concentración de sustancias activas al azul de metileno en el flujo de entrada.

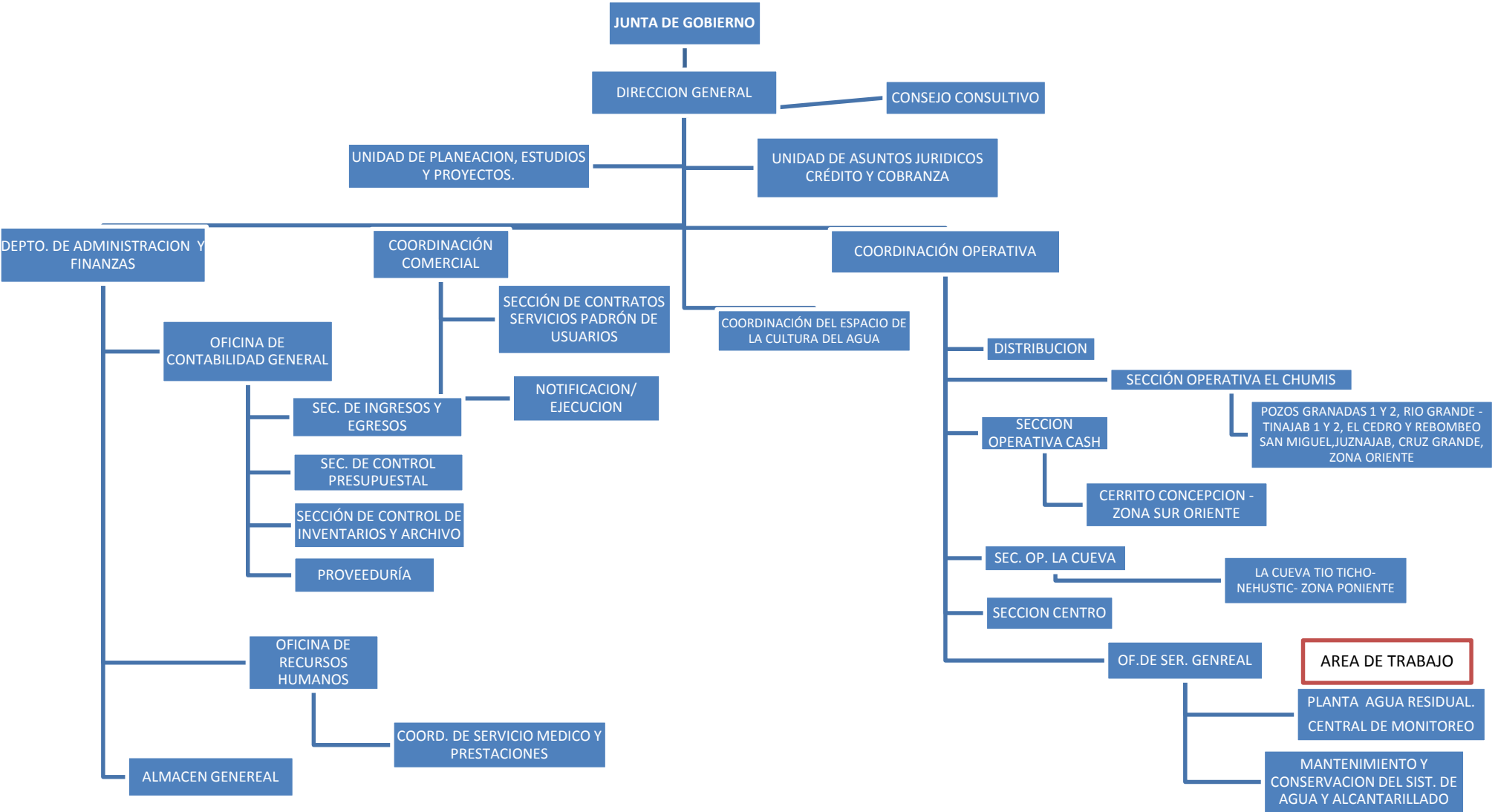
- Determinar la concentración de grasas y aceites en el flujo de entrada.

IV. CARACTERIZACIÓN DEL ÁREA EN LA QUE SE PARTICIPÓ.

La planta de tratamiento de aguas residuales pertenece a la oficina de servicio general del área de coordinación operativa del COAPAM.

El laboratorio donde se realizan los análisis es el laboratorio de “análisis de aguas y suelos” del Instituto Tecnológico de Comitán.

Se incluye organigrama del COAPAM



V. PROBLEMAS A RESOLVER

- Falta de información del proceso de las lagunas de oxidación.
- Ausencia de información de los contaminantes presentes en la descarga de aguas residuales.

VI. Alcances y limitaciones

Alcances

- Generar información que estará disponible para consulta.
- Contribuir al mejoramiento de la operatividad de la planta.

Limitaciones

- En la instalaciones de COAPAM no se cuenta con laboratorio para realizar los análisis por lo tanto se realizaran en el laboratorio del Instituto Tecnológico de Comitán de Domínguez.
- En el laboratorio del Instituto Tecnológico de Comitán de Domínguez no se cuenta con suficientes reactivos, y equipos para realizar un análisis total de los contaminantes en las aguas residuales.
- Tiempo limitado para realizar proyecto.

- Las horas de trabajo en el laboratorio depende de la disponibilidad de horario libre en el laboratorio pues se les da prioridad a los alumnos del plantel.
- Información de la planta limitada
- Restricción económica

VII. FUNDAMENTO TEÓRICO

VII.1.- Tratamiento de las aguas residuales.

El tratamiento de las aguas residuales presupone la aplicación de unos procesos básicos cuya utilización y secuencia vienen definidas por las características del agua a tratar y el grado de depuración que se deba conseguir.

Los diferentes tratamientos existentes pueden dividirse en: previo, primario, secundario o biológico, terciario y desinfección. Cuyo objetivo es eliminar los contaminantes físicos, químicos y biológicos que adquiere el agua potable debido a la actividad humana.

VII.2.- Tratamiento previo o pretratamiento.

Este tratamiento consiste en la eliminación de todos aquellos cuerpos de gran tamaño para proteger los diferentes equipos posteriores y las líneas de conducción dentro de la planta de tratamiento. Dentro del grupo de operaciones del tratamiento previo, se incluye, también la eliminación de sólidos de alta densidad y tamaño, que son o pueden ser arrastrados por el agua, produciendo en los equipos un desgaste excesivo por abrasión, así como posibles sedimentaciones en las líneas. Los equipos normalmente utilizados en el tratamiento previo son rejas, desarenadores y dilaceradores.

VII.3.- Tratamiento primario.

Tiene como misión la separación por medios físicos de los sólidos en suspensión, no retenidos en el tratamiento previo, así como de las grasas y aceites. La diferenciación entre las diversas operaciones incluidas en el tratamiento primario no es totalmente clara ya que, por ejemplo, para la separación de sólidos coloidales se requiere la utilización de productos químicos o coagulantes que aceleren la decantación. Las operaciones normalmente utilizadas en el tratamiento primario son: separación de grasas y aceites, sedimentación, floculación, flotación y filtración. Con el tratamiento primario se elimina aproximadamente un 65% del total de sólidos en suspensión. Se reduce también la carga contaminante de sustancias orgánicas.

VII.4.- Tratamiento secundario.

Este tratamiento es el encargado de eliminar la materia orgánica biodegradable presente en las aguas residuales y que no ha sido eliminada en el tratamiento primario. Consiste en provocar el desarrollo de microorganismos capaces de asimilar la materia orgánica a la que transforman en nuevos microorganismos insolubles y fáciles de retirar del agua por decantación.

Las reacciones bioquímicas que tienen lugar de forma natural en los cauces receptores, o bajo condiciones controladas en las plantas de tratamiento, se

clasifican en tres grandes grupos, de acuerdo con los microorganismos que las llevan a cabo.

Las reacciones aerobias se producen en presencia de oxígeno y los microorganismos utilizan el oxígeno disuelto en el agua para convertir la DBO presente en el vertido en nuevos microorganismos, energía y productos finales fundamentalmente CO_2 y H_2O .

Las reacciones anaerobias se producen en ausencia de oxígeno molecular, tomando los microorganismos el oxígeno preciso de los compuestos orgánicos que lo contienen (ácidos, alcoholes, aldehídos, etc.) o bien de sales inorgánicas, como nitratos o sulfatos. En condiciones anaerobias, actúan en primer lugar bacterias saprofiticas que transforman la materia orgánica en compuestos intermedios, como ácidos y alcoholes, y, posteriormente, un segundo tipo de microorganismos convierte estos productos intermedios en productos finales, tales como CH_4 y CO_2 .

Los organismos responsables de los procesos bioquímicos son las bacterias, hongos, algas protozoos, rotíferos, crustáceos y nemátodos.

Las reacciones bioquímicas, que tienen lugar en los procesos de eliminación de DBO, se ven afectadas por una serie de factores que influyen en el mecanismo. Dichos factores son: variaciones de la DBO, concentración de oxígeno, presencia de nutrientes, temperatura, pH y contenido de sales y sustancias tóxicas del cultivo.

Los procesos de oxidación biológica pueden llevarse a cabo en cualquiera de los sistemas siguientes:

- Balsas de estabilización
- Lagunas aireadas
- Filtros percoladores
- Lodos activados
- Digestores anaerobios

VII.5.- Tratamiento terciario.

Este tratamiento se lleva a cabo para eliminar fundamentalmente la materia orgánica que no ha sido retenida en el tratamiento biológico, o bien que no es biodegradable, los sólidos en suspensión y las sales inorgánicas disueltas, entre las que destacan las de nitrógeno y fósforo.

Una de las características del tratamiento terciario es la posibilidad de reutilización del agua tratada.

Los principales procesos utilizados son: adsorción, intercambio iónico, micro y ultrafiltración, ósmosis inversa, electrodiálisis y precipitación química.

Desinfección.

Es el proceso por el que se destruyen los gérmenes patógenos que pueden estar presentes en un agua residual. Se realiza por medios físicos, como son elevación de la temperatura, radiación ultravioleta, etc., o mediante la adición de ciertos productos químicos, como son cloro, bromo, yodo, ozono, etc.

VII.6.- Lagunas de estabilización.

La eficacia de la depuración del agua residual en balsas de estabilización depende ampliamente de las condiciones climáticas de la zona: temperatura, radiación solar, frecuencia y fuerza de los vientos locales, etc., factores que afectan directamente a la biología del sistema (Mara y Pearson, 1987).

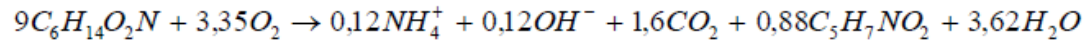
En la depuración por lagunaje no interviene la acción del hombre, quién se limita a proporcionar un emplazamiento adecuado para las balsas, comportándose la balsa como un sistema biológico natural de tratamiento, basado en los mismos principios por los que tiene lugar la autodepuración en ríos y lagos.

Las lagunas de estabilización operan con concentraciones reducidas de biomasa que ejerce su acción a lo largo de períodos prolongados. La eliminación de la materia orgánica en las lagunas de estabilización es el resultado de una serie compleja de procesos físicos, químicos y biológicos, entre los cuales se pueden destacar dos grandes grupos:

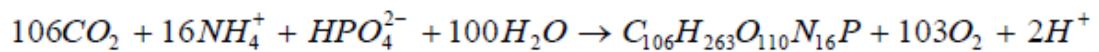
- Sedimentación de los sólidos en suspensión, que suelen representar una parte importante (40-60% como DBO5) de la materia orgánica contenida en el agua residual, produciendo una eliminación del 75-80% de la DBO5 del influente (Juanico, 1994).

- Conjunto de transformaciones biológicas que determinan la oxidación de la materia orgánica contenida en el agua residual. Los procesos biológicos más importantes que tienen lugar en una laguna son:

1.- Oxidación de la materia orgánica por bacterias aerobias. La respiración bacteriana provoca la degradación de la DBO5 del agua residual hasta CO2 y H2O produciendo energía y nuevas células (Henze y col.,1995):

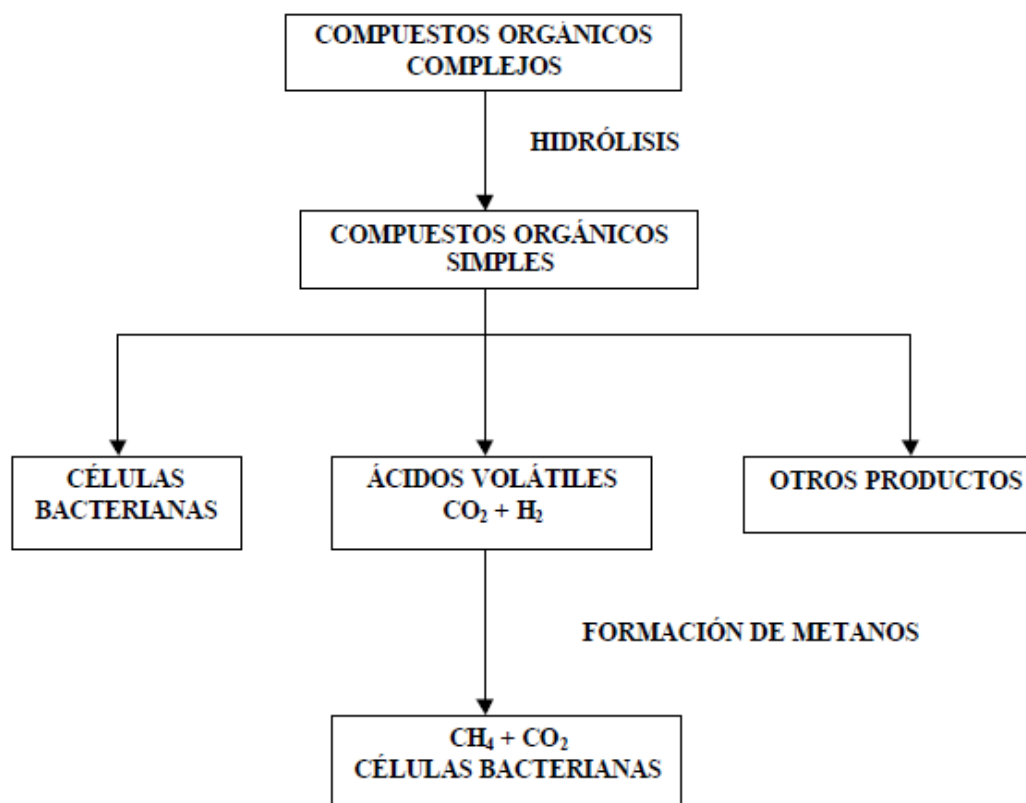


2.- Producción fotosintética de oxígeno. La fotosíntesis algal produce, a partir de CO2, nuevas algas y O2, que es utilizado en la respiración bacteriana (Henze y col., 1995):



3.- Digestión anaerobia de la materia orgánica con producción de CH4. Se presenta una representación secuencial de la digestión anaerobia de la materia orgánica.

Según el diseño de la laguna y las condiciones ambientales y de funcionamiento, predominarán unas u otras de las reacciones anteriores.



Ventajas e inconvenientes del tratamiento del agua residual por lagunaje.

El lagunaje presenta una serie de ventajas respecto a otros procedimientos, entre las que destacan las siguientes:

- La estabilización de la materia orgánica alcanzada es muy elevada.
- La eliminación de microorganismos patógenos es muy superior a la alcanzada mediante otros métodos de tratamiento.
- Presentan una gran flexibilidad en el tratamiento de puntas de carga y caudal.
- Pueden emplearse para el tratamiento de aguas residuales industriales con altos contenidos en materias biodegradables.

- Desde el punto de vista económico, el lagunaje es mucho más barato que los métodos convencionales, con bajos costes de instalación y mantenimiento.
- El consumo energético de las lagunas de estabilización es nulo.
- Se generan una baja cantidad de fangos.
- En el proceso de lagunaje se generan biomásas potencialmente valorizables una vez separadas del efluente.

Los principales inconvenientes de las lagunas de estabilización son:

- La presencia de materia en suspensión en el efluente, debida a las altas concentraciones de fitoplancton.
- Ocupación de terreno, que es superior a la de otros métodos de tratamiento.
- Las pérdidas considerables de agua por evaporación en verano.

VII.6.1.- Tipos de lagunas estabilización.

Según Metcalf & Eddy (1995) y dado que la presencia de oxígeno disuelto en las lagunas de estabilización determina qué tipos de mecanismos van a ser responsables de la depuración, las lagunas de estabilización suelen clasificarse en:

- Aerobias
- Anaerobias
- Facultativas
- Maduración

También se emplean otras clasificaciones relacionadas con sus características físicas, tales como la profundidad.

Otra clasificación utilizada en lagunas de estabilización considera la forma en que se produce la alimentación y descarga del agua residual en la instalación (Middlebrooks, 1982) teniendo así:

- Lagunas continuas, aquellas en las que se produce la entrada y salida continúa del agua residual y efluente.

- Lagunas semicontinuas o de descarga controlada, en este caso se llenan con agua residual, que se almacena durante un período prolongado de tiempo, hasta que se inicia su vaciado.

- Lagunas de retención total, este tipo de laguna se diseña de forma que el agua tratada se pierda por evaporación o infiltración en el terreno, con lo que no se produce su vertido final a un cauce público. Normalmente son de poca profundidad y gran extensión.

VII.6.1.1.- Lagunas aerobias.

Reciben aguas residuales que han sido sometidas a un tratamiento previo y que contienen relativamente pocos sólidos en suspensión. En ellas se produce la degradación de la materia orgánica mediante la actividad de bacterias aerobias que consumen el oxígeno producido fotosintéticamente por las algas.

Son lagunas poco profundas, de 1-1,5 metros de profundidad, y suelen tener tiempos de residencia elevados, 20-30 días.

Las lagunas aerobias se pueden clasificar, según el método de aireación sea natural o mecánico, en aerobias y aireadas.

a) Lagunas aerobias: la aireación es natural, siendo el oxígeno suministrado por intercambio a través de la interface aire-agua y fundamentalmente por la actividad fotosintética de las algas.

b) Lagunas aireadas: en ellas la cantidad de oxígeno suministrada por medios naturales es insuficiente para llevar a cabo la oxidación de la materia orgánica, necesitándose un suministro adicional de oxígeno por medios mecánicos.

El grupo específico de algas, animales o especies bacterianas presentes en cualquier zona de una laguna aerobia depende de factores tales como la carga orgánica, el grado de mezcla de la laguna, el pH, los nutrientes, la luz solar y la temperatura.

VII.6.1.1.- Lagunas anaerobias.

Una laguna anaerobia es simplemente la primera etapa en el tratamiento de las aguas residuales con alta carga contaminante. El objetivo perseguido es retener la mayor parte posible de los sólidos en suspensión, que pasan a incorporarse a la capa de fangos acumulados en el fondo, y eliminar parte de la carga orgánica.

Las lagunas anaerobias son relativamente profundas de [2 a 5 m], con tiempos de retención hidráulica cortos (de 3 a 5 días) y una carga orgánica elevada, superior a 3.2 kg de $DBO_5/m^3 \cdot día$.

El metabolismo microbiano de la capa de sólidos sedimentados produce metano y dióxido de carbono que rápidamente se difunden hacia la superficie arrastrando partículas en suspensión. En las lagunas anaerobias se genera una espuma que limita la transferencia de oxígeno y la liberación de gases de olor desagradable. El factor clave en las lagunas anaerobias es la presencia de un tampón adecuado que mantenga el pH entre 6.5 y 8. Las aguas residuales con alto contenido en proteínas son las corrientes residuales más adecuadas para el tratamiento mediante lagunas anaerobias debido a que el amoníaco liberado en la degradación de las proteínas, al reaccionar con el dióxido de carbono y el agua, genera bicarbonato amónico, un tampón adecuado para los requerimiento de pH.

Las aguas residuales con alto contenido de carbohidratos no son adecuadas para este tipo de tratamiento ya que su degradación genera ácidos orgánicos, que sin el tampón adecuado resulta difícil mantener el pH para el desarrollo óptimo de los microorganismos. Las lagunas anaerobias no producen un efluente de alta calidad pero son capaces de llegar a reducir la carga de DBO en un 80 o 90 por 100 con unos requisitos mínimos. Puesto que las lagunas anaerobias operan mejor con aguas residuales de alta carga, el efluente debe tratarse posteriormente mediante lagunas aireadas o facultativas.

La estabilización en estas lagunas tiene lugar mediante las etapas siguientes,(Middlebrooks y col., 1982):

- Hidrólisis: por medio de la cual se convierten compuestos orgánicos complejos e insolubles en otros compuestos más sencillos y solubles en agua.
- Formación de ácidos: los compuestos orgánicos sencillos generados en la etapa anterior son utilizados por las bacterias generadoras de ácidos. Produciéndose su conversión en ácidos orgánicos volátiles.
- Formación de metano: una vez que se han formado los ácidos orgánicos, una nueva categoría de bacterias actúa y los utiliza para convertirlos finalmente en metano y dióxido de carbono.

Las bacterias metanógenas son anaerobias estrictas, es decir, mueren en presencia de oxígeno disuelto y son muy sensibles al pH. Como en la segunda etapa de la digestión anaerobia se están produciendo ácidos, si no existe en el medio un número adecuado de bacterias metanógenas que transformen estos productos, se produce su acumulación, y el pH disminuye. El parámetro más utilizado para el diseño de lagunas anaerobias es la carga volumétrica, que por su alto valor lleva a que sean habituales tiempos de retención con valores comprendidos entre 2-5 días, dependiendo de la naturaleza del vertido y del clima del lugar de emplazamiento.

Se ha demostrado en numerosos estudios que tiempos de residencia superiores provocan un rápido deterioro de la calidad del efluente (Alamancos y col., 1993; Middlebrooks y col., 1982).

VII.6.1.3.- Lagunas facultativas.

Son aquellas que poseen una zona aerobia y una zona anaerobia, situadas respectivamente en superficie y fondo. La finalidad de estas lagunas es la estabilización de la materia orgánica en un medio oxigenado proporcionado principalmente por las algas presentes.

En este tipo de lagunas se puede encontrar cualquier tipo de microorganismo, desde anaerobios estrictos, en el fango del fondo, hasta aerobios estrictos en la zona inmediatamente adyacente a la superficie. Además de las bacterias y protozoos, en las lagunas facultativas es esencial la presencia de algas, que son las principales suministradoras de oxígeno disuelto.

El objetivo perseguido en las lagunas facultativas es obtener un efluente de la mayor calidad posible, en el que se haya alcanzado una elevada estabilización de la materia orgánica, y una reducción en el contenido en nutrientes y bacterias coliformes.

La degradación de la materia orgánica en lagunas facultativas tiene lugar fundamentalmente, por la actividad metabólica de bacterias heterótrofas facultativas, que pueden desarrollarse tanto en presencia como en ausencia de oxígeno disuelto.

Las dos fuentes de oxígeno en lagunas facultativas son la actividad fotosintética de las algas y la reaireación a través de la superficie.

La profundidad de las lagunas facultativas suele estar comprendida entre 1 y 2 metros para facilitar así un ambiente oxigenado en la mayor parte del perfil vertical.

Las bacterias y algas actúan en forma simbiótica, con el resultado global de la degradación de la materia orgánica. Las bacterias utilizan el oxígeno suministrado por las algas para metabolizar en forma aeróbica los compuestos orgánicos. En este proceso se liberan nutrientes solubles (nitratos, fosfatos) y dióxido de carbono en grandes cantidades. Estos son utilizados por las algas en su crecimiento. De esta forma, la actividad de ambas es mutuamente beneficiosa.

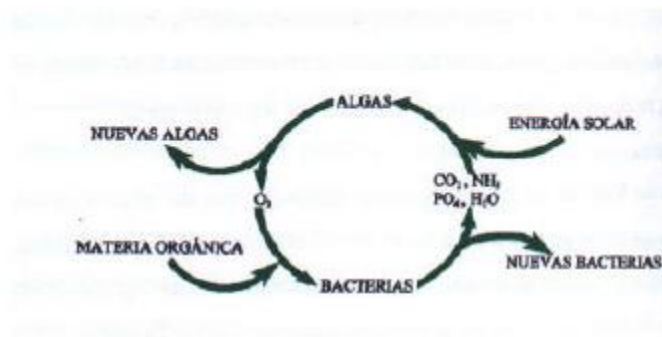


Figura 1.2. Representación esquemática de la actividad de algas y bacterias en lagunas facultativas.

Como se puede ver en la Figura 1.3 en una laguna facultativa existen tres zonas: 1) una zona superficial en la que existen bacterias aerobias y algas en una relación simbiótica, como se ha descrito anteriormente; 2) una zona inferior anaerobia en la que se descomponen activamente los sólidos acumulados por acción de las bacterias anaerobias y 3) una zona intermedia,

que es parcialmente aerobia y anaerobia, en la que la descomposición de los residuos orgánicos la llevan a cabo las bacterias facultativas. Los sólidos de gran tamaño sedimentan para formar una capa de fango anaerobio. Los materiales orgánicos sólidos y coloidales se oxidan por la acción de las bacterias aerobias y facultativas empleando el oxígeno generado por las algas presentes cerca de la superficie. El dióxido de carbono, que se produce en el proceso de oxidación orgánica, sirve como fuente de carbono para las algas. La descomposición anaerobia de los sólidos de la capa de fango implica la producción de compuestos orgánicos disueltos y de gases tales como el CO_2 , H_2S y el CH_4 , que o bien se oxidan por las bacterias aerobias, o se liberan a la atmósfera.

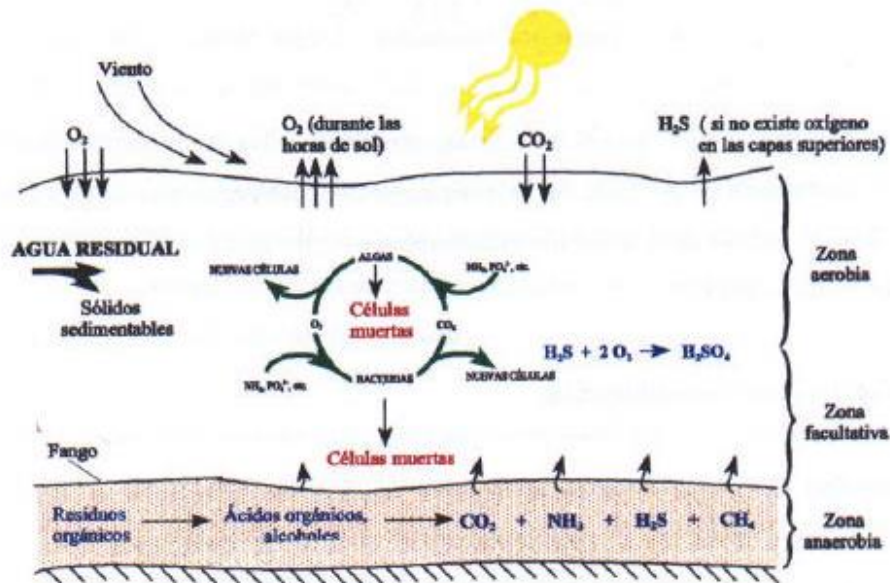
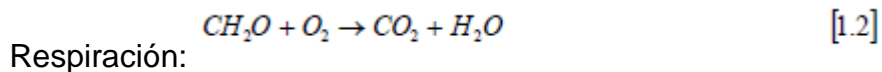
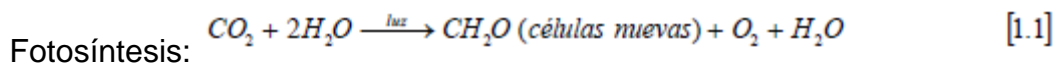


Figura 1.3. Esquema de los mecanismos en lagunas facultativas.

VII.6.2.- Microbiología del proceso

Los microorganismos de la zona inferior de la laguna son bacterias facultativas y anaerobias. La respiración también se produce en presencia de luz solar, sin embargo, la reacción neta es la producción de oxígeno. Las ecuaciones 1.1 y 1.2 representan reacciones bioquímicas simplificadas de la fotosíntesis y de la respiración:



Debido a que las algas usan dióxido de carbono en su actividad fotosintética, ello puede dar lugar a condiciones de pH altos. En muchos casos las algas presentes obtienen el carbono necesario para la síntesis celular del ion bicarbonato, en estos casos se pueden producir altas variaciones diurnas del pH.

VII.6.3.- Factores que afectan a la depuración en lagunas facultativas.

Dado que la actividad de algas y bacterias es el fundamento de la depuración del agua residual almacenada, cualquier variable que afecte esta actividad repercutirá en el tratamiento.

Los factores más importantes son los siguientes:

Factores climáticos.

Temperatura: los valores y distribución de temperatura en una masa de agua juegan un papel fundamental en el comportamiento de estos sistemas, debido a los siguientes factores:

- 1.- Los procesos fisicoquímicos dependen mucho de los valores de la temperatura.
- 2.- El fenómeno de mezcla está íntimamente relacionado con la termoclina, porque esta limita el transporte de calor y materia entre las diferentes capas definidas en la columna de agua como consecuencia de la estratificación termal.

En general, y para los intervalos de temperatura normales en las lagunas, se puede decir que la velocidad de la depuración aumenta con la temperatura, en especial en lo que concierne a la actividad de las bacterias.

Sin embargo, y en lo que respecta a las algas, se han detectado retardos importantes en la actividad fotosintética a temperaturas elevadas ($> 28^{\circ}\text{C}$), relacionadas con la estimulación del crecimiento de algas verdiazules menos productivas que las algas verdes a las que sustituyen (WHO, 1989).

La depuración en lagunas facultativas es más lenta durante los meses de invierno.

Radiación solar: la luz es fundamental para la actividad fotosintética, esta depende no sólo de la luz que alcanza la superficie del agua, sino de la que penetra en profundidad.

Como la intensidad de la luz varía a lo largo del día y a lo largo del año, la velocidad de crecimiento de las algas cambia de la misma forma. Este fenómeno da lugar a dos efectos: el oxígeno disuelto y el pH del agua presentan valores mínimos al final de la noche, y aumentan durante las horas de luz solar hasta alcanzar valores máximos a media tarde (Moreno y col., 1991).

A partir de éste punto los valores decrecen de nuevo a lo largo de la noche. Esta evolución se observa mejor durante la primavera y verano, cuando la actividad fotosintética es más intensa.

Viento: el viento tiene un efecto importante en el comportamiento de las balsas facultativas, ya que induce a la mezcla vertical del líquido de la balsa. Una buena mezcla asegura una distribución más uniforme de DBO, oxígeno disuelto, bacterias y algas y por lo tanto un mejor grado de estabilización del agua residual. En ausencia de mezcla inducida por el viento, la población de algas tiende a estratificarse en una banda estrecha, de unos 20 cm de ancho, durante las horas de luz del día. Esta banda concentrada de algas se mueve hacia arriba o hacia abajo en la capa superior, de 50 cm de espesor, de la balsa en respuesta a los cambios en la incidencia de la intensidad de la luz, y causa grandes fluctuaciones en la calidad del efluente si el punto de salida del efluente está en esta zona (Mara y Pearson, 1986).

La acción del viento en las lagunas facultativas es importante por dos razones (WHO, 1989):

1.- La reaereación a través de la interface aire-agua depende de la velocidad del viento.

2.- El efecto de mezcla del viento puede evitar el desarrollo de estratificación térmica.

Evaporación: la repercusión principal de la evaporación es la concentración de los sólidos que contiene el agua almacenada. El consiguiente aumento de la salinidad puede resultar perjudicial si el efluente se va a emplear en riegos.

Precipitación: el oxígeno disuelto suele bajar después de las tormentas debido a la demanda adicional de oxígeno provocada por los sólidos arrastrados por el agua de lluvia y los sedimentos de las lagunas que se mezclan con la columna de agua. Otro efecto de la lluvia es una cierta oxigenación en la zona superficial de las lagunas, debida tanto al propio contenido en oxígeno de la lluvia como a la turbulencia que provoca con su caída.

Factores físicos.

Estratificación (epilimnion, termoclina, hipolimnion): la densidad del agua cambia con la temperatura, es mínima a 4°C y aumenta para temperaturas mayores o menores, el agua más cálida es más ligera y tiende a “flotar” sobre las capas más frías. Durante los meses de primavera y verano el calentamiento tiene lugar desde la superficie, las capas superiores están más calientes que las inferiores, son menos densas y flotan sobre ellas sin que se produzca la mezcla entre unas y otras. Este fenómeno es lo que se conoce como estratificación.

Durante la primavera, la mayoría de las balsas tienen una temperatura casi uniforme y, por tanto se mezclan con facilidad gracias a las corrientes inducidas por los vientos. Cuando se aproxima el verano, las aguas de las capas superiores se calientan y su densidad disminuye produciéndose una estratificación estable.

En la Figura se representa el perfil de temperaturas en una laguna o balsa estratificada. La zona próxima a la superficie, más cálida y con una temperatura casi uniforme, es el epilimnion. La zona central, en la que la temperatura desciende bruscamente al aumentar la profundidad, es la termoclina. La zona del fondo, que presenta una temperatura más baja, es el Hipolimnion.

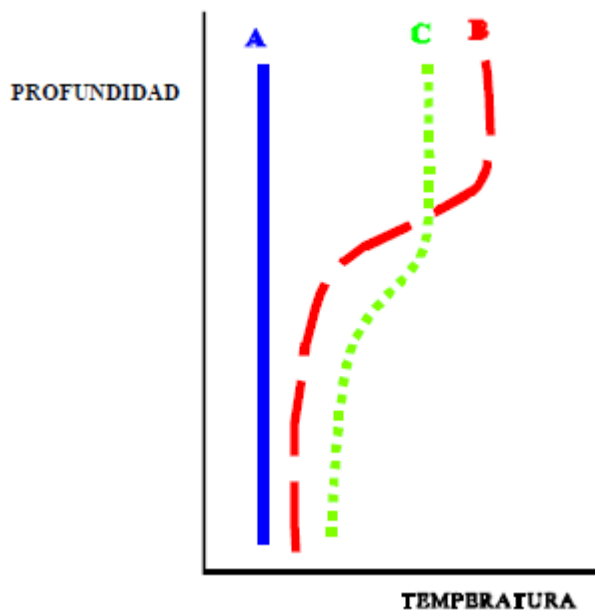


Figura 1.4. Perfiles verticales de temperatura en distintas épocas del año en una masa de agua estratificada: A) homotermicidad vertical en invierno, B) estratificación térmica a comienzos del verano y C) profundización de la termoclina a finales de verano.

VII.6.4.- Flujo a través de las lagunas

La circulación del agua a través de la laguna viene afectada por la forma y tamaño de ésta, la situación de entradas y salidas, velocidad y dirección de los vientos dominantes y la aparición de diferencias de densidad dentro de la balsa (Middlebrooks y col.1982; Moreno y col. 1984). Las anomalías de flujo más frecuentes se manifiestan en la aparición de zonas muertas, es decir, partes de la laguna en las que el agua permanece estancada durante largos períodos de tiempo.

VII.6.5.- Profundidad

La profundidad de las lagunas facultativas es normalmente 1,5 m, aunque se pueden usar profundidades entre 1 y 2 m. El límite inferior viene condicionado a la posibilidad de crecimiento de vegetación emergente para profundidades menores, lo cual se desaconseja normalmente para evitar el desarrollo de mosquitos.

Recientemente se ha construido un número creciente de lagunas profundas, en las que se han obtenido buenos resultados de eficacia de depuración. Normalmente sirven de sistema de depuración y al mismo tiempo de sistema regulador para riegos.

Existen varias razones por las que en estos sistemas profundos se obtiene mayor eficacia depuradora como es la mayor productividad de las algas en un medio en el que tienden a sedimentar en la zona profunda y morir, bien por ausencia de luz o por el efecto tóxico de sulfuros solubles, lo que da

lugar a que las poblaciones en superficie sean más jóvenes y, por tanto, productivas. La zona profunda tiende a estar en condiciones anaerobias, y en ella se produce la degradación lenta de compuestos orgánicos y microorganismos sedimentados desde la superficie. De esta forma se generan nutrientes solubles que se reincorporan a la capa superficial y contribuyen a la actividad biológica en ésta (Abeliovich, 1982).

En zonas de climas cálidos la mayor profundidad repercute en una disminución de la evaporación relativa, lo que es beneficioso tanto desde el punto de vista de almacenamiento para riegos como para evitar aumentos de salinidad en el efluente (Moreno y col., 1984).

VII.6.6.- Factores químicos y bioquímicos.

pH.

El valor de pH en las lagunas facultativas viene determinado fundamentalmente por la actividad fotosintética del fitoplancton y la degradación de la materia orgánica por las bacterias. Las algas consumen anhídrido carbónico en la fotosíntesis, lo que desplaza el equilibrio de los carbonatos y da lugar a un aumento del pH. Por otra parte, la degradación de la materia orgánica conduce a la formación de dióxido de carbono como producto final, lo que acusa una disminución del pH.

Como la fotosíntesis depende de la radiación solar, el pH de las lagunas facultativas presenta variaciones durante el día y el año. Cuanto mayor es la intensidad luminosa, los valores del pH son más altos. Estas variaciones diarias son muy marcadas en verano, cuando pueden alcanzarse valores de pH en torno a 9 o mayores, partiendo de valores del orden de 7-7,5 al final de la noche.

Oxígeno disuelto

El contenido en oxígeno disuelto es uno de los mejores indicadores sobre el funcionamiento de las lagunas facultativas. La principal fuente de oxígeno disuelto es la fotosíntesis, seguida por la reaireación superficial. La concentración de oxígeno disuelto presenta una variación sinusoidal a lo largo del día. El contenido en oxígeno es mínimo al amanecer y máximo por la tarde, y puede oscilar entre un valor nulo hasta la sobresaturación.

Durante el verano es posible encontrar que las capas superficiales de las lagunas están sobresaturadas de oxígeno disuelto.

El oxígeno disuelto presenta también variaciones importantes en profundidad. La concentración de oxígeno disuelto es máxima en superficie, y a medida que aumenta la profundidad va disminuyendo hasta anularse. La profundidad a la que se anula el oxígeno disuelto se llama oxipausa, y su posición depende de la actividad fotosintética, el consumo de oxígeno por las bacterias y el grado de mezcla inducido por el viento. En invierno la capa oxigenada tiende a ser mucho más reducida que en verano.

VII.6.7.- Nutrientes

Los nutrientes son fundamentales para la buena marcha de la depuración en lagunas. A medida que progresa la depuración se va produciendo una eliminación de nutrientes que puede dar lugar a que uno o varios alcancen concentraciones limitantes para el desarrollo subsiguiente de algas o bacterias. En lagunas de estabilización el agotamiento de nutrientes sólo ocurre en épocas de intensa actividad biológica, y suele venir precedido de la eliminación de materia orgánica hasta los niveles máximos en este tipo de tratamiento.

Ciclos de nutrientes en lagunas facultativas.

Ciclo del nitrógeno.

El nitrógeno entra en las lagunas facultativas en forma orgánica y amoniacal. El agua residual urbana a veces contiene nitrógeno en forma oxidada (nitritos y nitratos), pero durante su tratamiento en lagunas anaerobias estas formas desaparecen. En la Figura 1.5 aparece un esquema del ciclo del nitrógeno, con sus partes aerobia y anaerobia.

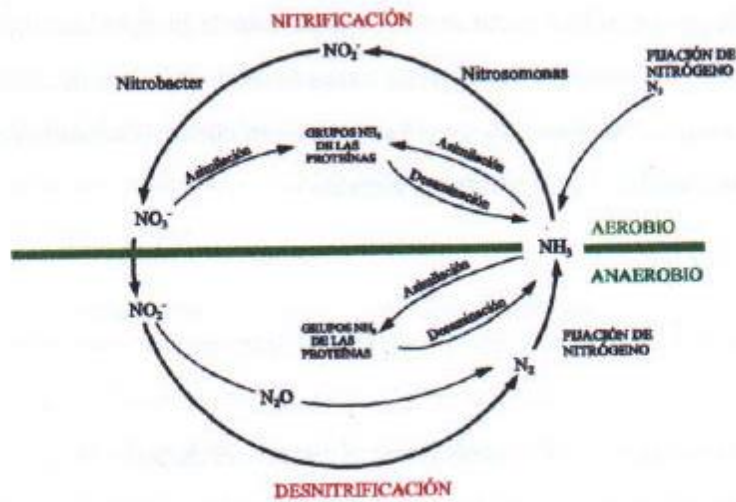


Figura 1.5. Ciclo del nitrógeno en ambientes acuáticos.

Los procesos que afectan a las distintas formas de nitrógeno en las lagunas facultativas son las siguientes (Pano y Middlebrooks, 1982; Ferrara y Avci, 1982, Abeliovich, 1983, Reddy, 1987):

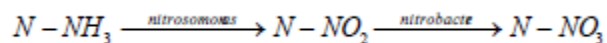
Mineralización o amonificación.

Consiste en la transformación de nitrógeno orgánico en nitrógeno amoniacal. Los mecanismos responsables de esta transformación son la hidrólisis de la materia orgánica y la desaminación subsiguiente de los aminoácidos resultantes.

Nitrificación.

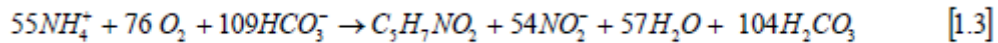
Es la oxidación del nitrógeno amoniacal hasta nitritos y nitratos, llevada a cabo por las bacterias nitrificantes. Este proceso tiene lugar únicamente en medio aerobio y el nitrato sirve como nutriente en el desarrollo de las algas. La nitrificación tiene lugar en dos etapas: en la primera se generan nitritos, y en la segunda los nitritos se oxidan a nitratos. La primera etapa es mucho más lenta que la segunda, y limita la velocidad del proceso global. La concentración de nitritos se mantiene siempre baja en relación con la de nitratos. Los nitritos son poco estables y tienden a evolucionar hasta el producto final nitrato o bien ser reducidos de nuevo para producir óxido nitroso o nitrógeno molecular (Metcalf & Eddy, 1995).

El proceso de nitrificación se puede describir de la siguiente forma (Metcalf & Eddy, 1995): son dos los géneros de bacterias responsables de la nitrificación, Nitrosomonas y Nitrobacter. Las Nitrosomonas oxidan el amoníaco en nitrito, producto intermedio, mientras que los Nitrobacter transforman el nitrito en nitrato.

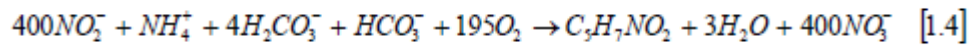


La falta de acumulación de nitrito en el sistema evidencia que la conversión de amoníaco a nitrito tiene lugar por medio de una serie de complejas reacciones que gobiernan el proceso de conversión global. Las reacciones que tienen lugar se pueden expresar de la siguiente manera:

Para las Nitrosomonas, la ecuación es la siguiente:



Para las Nitrobacter, la ecuación es:



Es necesario tener presente que la transformación de nitrógeno amoniacal en nitrógeno en forma de nitrato no supone la eliminación del nitrógeno, aunque sí permite eliminar su demanda de oxígeno.

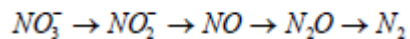
Las bacterias nitrificantes son organismos extremadamente sensibles a gran cantidad de sustancias inhibitoras, agentes tanto orgánicos como inorgánicos, que pueden impedir el crecimiento y la actividad de estos organismos. Las altas concentraciones de amoníaco y de ácido nitroso pueden resultar inhibitoras, siendo también importante el efecto del pH. Para que se produzca la nitrificación, es fundamental que existan concentraciones de oxígeno disuelto por encima de 1 mg/l. Si el nivel de oxígeno disuelto es inferior a este valor, el oxígeno se convierte en el nutriente limitante del proceso, y puede producirse el cese o la ralentización de la nitrificación (Metcalf & Eddy, 1995).

Desnitrificación.

En condiciones anaerobias, las formas oxidadas de nitrógeno, es decir, los nitritos y nitratos, son reducidas a óxido nitroso y nitrógeno molecular por las bacterias desnitrificantes. Como los productos finales de la desnitrificación

son gaseosos y muy poco solubles, tienden a escapar de la laguna e incorporarse a la atmósfera, por lo que este proceso se traduce en una pérdida neta de nitrógeno (Metcalf & Eddy, 1995).

El proceso de desnitrificación podría resumirse como la eliminación de nitrógeno en forma de nitrato por conversión en nitrógeno gas, que se puede conseguir biológicamente bajo condiciones anóxicas (sin oxígeno). La conversión del nitrógeno, en forma de nitratos, a formas más rápidamente eliminables se puede llevar a cabo gracias a la acción de diversos géneros de bacterias. Estas bacterias son heterótrofas capaces de la reducción disimilatoria del nitrato, que es un proceso en dos etapas. El primer paso consiste en la conversión de nitrato en nitrito, y a continuación se producen óxido nítrico, óxido nitroso y nitrógeno gas. Las reacciones de reducción del nitrógeno son las siguientes:



Los tres últimos compuestos son gaseosos y se pueden liberar a la atmósfera.

En los sistemas de desnitrificación, el parámetro crítico es la concentración de oxígeno disuelto. La presencia de oxígeno disuelto suprime el sistema enzimático necesario para el desarrollo del proceso de desnitrificación. La alcalinidad se produce durante la conversión de nitrato en nitrógeno gas, lo cual provoca un aumento del pH. El pH óptimo se sitúa entre 7 y 8, con

diferentes valores óptimos que dependen de las diferentes poblaciones bacterianas posibles.

Asimilación por los microorganismos: tanto el nitrógeno amoniacal como los nitratos pueden ser utilizados por los microorganismos como nutrientes. De esta forma se incorporan al tejido celular y vuelven a formar parte del nitrógeno orgánico presente en el medio.

Teniendo en cuenta los sedimentos, el nitrógeno viene afectado por los dos procesos siguientes:

Sedimentación: una parte de la materia orgánica y los microorganismos sedimentan y forman parte de la capa de fangos acumulada en el fondo. Esto se traduce en un almacenamiento temporal de nitrógeno en forma orgánica.

Regeneración: el nitrógeno orgánico de los sedimentos sufre los fenómenos de hidrólisis y desaminación, con lo que se genera nitrógeno amoniacal que se reincorpora como nutriente a la capa líquida.

Ciclo del fósforo.

En los procesos de depuración normalmente el fósforo es el nutriente limitante, es decir, el que se presenta en concentraciones inferiores y regula así la posibilidad de crecimiento de microorganismos. En la Figura 1.6 aparece el esquema del ciclo del fósforo, en el que se han recogido los

distintos procesos de transformación a los que se encuentra sometido. Estos procesos son los siguientes (Ferrara y Harleman, 1980; Moreno y col., 1987):



Figura 1.6 Ciclo del fósforo en lagunas de estabilización.

Mineralización del fósforo orgánico, que resulta en la liberación de fósforo soluble directamente asimilable por los microorganismos. El fósforo orgánico está en forma de ésteres fosfóricos y resulta fácilmente hidrolizable, por lo que la reincorporación al medio como nutriente tras la muerte de los microorganismos es rápida y uniforme.

Precipitación del fósforo como sales insolubles, que quedan inmovilizadas a efectos de la actividad biológica en los sedimentos del fondo. La fracción más importante de este fósforo precipita en forma de fosfato cálcico y fosfato férrico, que tienen productos de solubilidad muy bajos (K_{ps} (fosfato cálcico) = 10^{-25} ; el fosfato férrico es también muy poco soluble).

Asimilación de fósforo soluble en el crecimiento de algas y bacterias, con lo que queda incorporado a su tejido celular y convertido, por tanto en fósforo orgánico.

Los sedimentos participan en el ciclo del fósforo en la forma siguiente:

- Sedimentación de materia orgánica y microorganismos, lo que da lugar al almacenamiento temporal de fósforo orgánico en el fango del fondo.
- Regeneración del fósforo soluble durante la degradación anaerobia de los fangos, por hidrólisis de los compuestos orgánicos de fósforo almacenados.

Ciclo del azufre.

El azufre no es, como el nitrógeno y fósforo, un macronutriente en las lagunas de estabilización, sino que es considerado como un nutriente secundario.

El azufre puede existir en la naturaleza en distintas formas. Entre ellas están los sulfuros, azufre elemental y sulfatos. Los sulfatos son normalmente la única forma presente en el agua residual bruta, excepto cuando ésta presenta condiciones sépticas, en cuyo caso hay tanto sulfatos como sulfuros. En la Figura 1.7 se representa una forma simplificada del ciclo del azufre. Los procesos que afectan a la concentración de estas formas de azufre en las lagunas facultativas son los siguientes:



Figura 1.7.- Ciclo del azufre en ambientes acuáticos.

- *Reducción bacteriana de los sulfatos a sulfuros.* Esta transformación tiene lugar cuando hay condiciones favorables para el crecimiento de bacterias anaerobias (medio anaerobio), y preferentemente cuando la concentración de materia orgánica es elevada.
- *Oxidación de sulfuros a azufre elemental.* Este proceso se puede llevar a cabo en medio aerobio y en medio anaerobio. Puesto que el sulfuro de hidrógeno se oxida espontáneamente en presencia de oxígeno para dar azufre elemental y agua, las bacterias oxidantes que realizan este mismo proceso suelen vivir en la zona donde entran en contacto el sulfhídrico procedente del fondo y el oxígeno procedente de la superficie. Esta reacción química depende de varios factores y es mucho más lenta que la oxidación biológica del sulfuro.

- *Oxidación de los sulfuros a sulfatos.* También puede llevarse a cabo por bacterias aerobias o por bacterias fotosintéticas en medio anaerobio.
- *Asimilación del sulfato por parte de los microorganismos,* con lo que se incorpora al tejido celular en los grupos “tiol” de las proteínas.
- *Degradación de la materia orgánica,* que da lugar a la aparición de sulfuros solubles. Los compuestos orgánicos que contienen azufre pueden ser descompuestos por una variedad de microorganismos heterotróficos. Cuando se descomponen éstos compuestos, una porción del azufre se usa para la síntesis celular.

Grupos microbiológicos mayoritarios en lagunas facultativas.

- *Bacterias:* la mayoría de los grupos de bacterias acuáticas están implicadas directa o indirectamente en los procesos que tienen lugar en las lagunas de estabilización. Así el nitrógeno orgánico es hidrolizado hasta nitrógeno amoniacal en las lagunas por las enzimas liberadas por algunas bacterias. La desnitrificación, por otra parte, puede ocurrir en medio anaerobio por la acción de distintos grupos de bacterias anaerobias y facultativas.
- *Algas:* aunque generalmente se considera que el papel clave de la población de algas en balsas facultativas y de maduración es la generación de oxígeno, esto favorece su tendencia a aumentar el pH de las balsas de

maduración por encima de 9 durante las horas de luz del día, como consecuencia de su actividad fotosintética, es un mecanismo importante en destrucción de bacterias fecales.

La población de algas verdes predomina en las lagunas durante el otoño, invierno y primavera, mientras que las algas verde azules pueden hacerlo durante los meses de verano. Las algas verde azules parecen empezar a predominar durante el principio del verano cuando aumenta la duración del día y la temperatura, y disminuye la concentración de nitrógeno inorgánico (NO_3^- , NH_4^+) y dióxido de carbono libre.

El conocimiento de los tipos de especies de algas presentes y su concentración de biomasa proporciona una indicación del estado de la balsa y la eficacia del tratamiento del agua residual.

El género predominante de alga es normalmente miembro de la Chlorophyta y Euglenophyta y, en menor grado el Chrysophyta y Cyanophyta. En general, la diversidad de especies disminuye en las balsas cuando disminuye la carga orgánica. La especie cambiará, sin embargo, en respuesta a cambios en las condiciones medioambientales y calidad del agua residual.

El nivel de producción de algas en lagunas facultativas operando eficazmente está normalmente en el rango de 1000-3000 mg/l de clorofila a (Mara y Pearson, 1987), pero esto depende de la carga superficial de DBO5 y las fluctuaciones con cambios medioambientales asociados con las estaciones y

también debido a factores tales como el consumo del zooplancton, toxicidad química transitoria y el ataque por microorganismos patógenos.

VII.6.8.- Eliminación de patógenos en balsas de maduración.

La eliminación de bacterias coliformes en las lagunas de maduración se debe a la acción combinada de varios factores, que en conjunto crean unas condiciones muy desfavorables para su supervivencia (Bowles y col., 1979). Los factores que afectan a la desaparición de microorganismos patógenos en las lagunas de este tipo pueden dividirse en las categorías siguientes:

- Físicos: la temperatura y sedimentación son los dos factores más importantes. La sedimentación consiste en la incorporación al fondo de la laguna de agregados de microorganismos. Una vez que se produce su depósito en el fondo, estos agregados son atacados por bacterias que se desarrollan en la capa del fango, y finalmente desaparecen. La temperatura juega un papel importante en la velocidad de desaparición de microorganismos patógenos. La velocidad de eliminación de patógenos aumenta con la temperatura (Moreno y col., 1991). Por lo que durante los meses de verano la eficacia en la reducción de patógenos es máxima.

- Físico-químicos: dentro de los más influyentes están la salinidad del agua, el pH, la concentración de oxígeno disuelto e intensidad de luz solar. La eliminación de patógenos aumenta con el pH de la laguna. La actividad del fitoplancton da lugar a un aumento del pH, mientras que la actividad metabólica de las bacterias genera dióxido de carbono que provoca un

descenso en el pH. Uno de los principales factores es la intensidad de la luz (Kay, D. y McDonald, A., 1980). La eliminación de patógenos es mucho más rápida en presencia de luz, es decir, en días despejados, especialmente al comienzo del verano, cuando la duración del día es máxima.

· *Bioquímicos*: la limitación de nutrientes es un factor muy importante, no sólo por su efecto directo sobre la posibilidad de crecimiento de los microorganismos patógenos, sino por la competencia con otros microorganismos mejor adaptados que aquellos al medio (Moreno y col., 1991).

Las algas secretan sustancias tóxicas que afectan a los microorganismos patógenos, algunas de ellas muy activas en presencia de luz (Pearson, H. y col., 1987).

VII.6.10.- Análisis de Contaminantes

Es necesario analizar con determinación, a partir de los datos disponibles, las características y variaciones de los caudales de aguas residuales, pues afectan en gran medida al diseño hidráulico tanto de las redes de alcantarillado y en las instalaciones de tratamiento.

Los contaminantes en las aguas residuales son normalmente una mezcla completa de compuestos orgánicos e inorgánicos. Normalmente no es ni práctico ni posible obtener un análisis completo de las mayorías de las aguas

residuales. Por las razones anteriores se han desarrollado una serie de métodos empíricos para evaluación de la concentración de contaminantes en aguas residuales, cuya aplicación no requiere un conocimiento completo de la composición química específica de las aguas residuales consideradas. Los métodos normalizados más importantes para análisis de contaminantes orgánicos.

VII.6.10.1.- Métodos Analíticos Para la Determinación de Compuestos Inorgánicos.

Los métodos analíticos para contaminantes inorgánicos específicos en aguas residuales y determinación de parámetros físicos (sólidos totales, color, olor, grasas y aceites, etc.) remitimos a las Normas Oficiales Mexicanas (anexo 1).

Los métodos analíticos para contaminantes orgánicos se clasifican en dos grupos:

Grupo 1: Métodos de evaluación para la demanda de oxígeno

Grupo 2: Métodos para la evaluación de parámetros de contenido en carbono

De acuerdo a la normatividad de CONAGUA quien regula al COAPAM para el tratamiento de agua se aplican las siguientes normas para el establecimiento.

NOM-001-ECOL-1996; QUE ESTABLECE LOS LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES DE CONTAMINANTES EN LAS DESCARGAS DE AGUAS RESIDUALES EN AGUAS Y BIENES NACIONALES.

NOM-002-ECOL-1996, QUE ESTABLECE LOS LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES DE CONTAMINANTES EN LAS DESCARGAS DE AGUAS RESIDUALES A LOS SISTEMAS DE ALCANTARILLADO URBANO O MUNICIPAL

NOM-003-ECO-1997, QUE ESTABLECE LOS LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES DE CONTAMINANTES PARA LAS AGUAS RESIDUALES TRATADAS QUE SE REÚSEN EN SERVICIOS AL PÚBLICO.

NOM-004-SEMARNAT-2002, PROTECCIÓN AMBIENTAL.- LODOS Y BIOSÓLIDOS.- ESPECIFICACIONES Y LIMITES MÁXIMOS PERMISIBLES DE CONTAMINANTES PARA SU APROVECHAMIENTO Y DISPOSICIÓN FINAL.

VIII. PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS

VIII.1.- DETERMINACIÓN DE CAUDAL DE AGUA RESIDUAL DE ENTRADA

1. Tomar datos del medio, fecha, hora, datos climáticos (nublado, soleado, precipitación, temperatura)
2. Determinar la distancia del canal en el que se llevara la cuantificación del recorrido del flujo.
3. Verter colorante en el punto de inicio del recorrido del flujo en el canal.
4. Contabilizar el tiempo de transcurso del flujo del punto de inicio al punto final de la distancia medida en el canal.
5. Determinar el caudal mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Caudal} = \text{Área} * \text{Velocidad.}$$

VIII.2.- DETERMINACIÓN DE LAS DIMENSIONES DE LAS LAGUNAS DE OXIDACIÓN DEL MODULO A

- 1.- Con apoyo de un flexometro de 50 metros medir lados de las lagunas de oxidación anaerobia y facultativa, anotar dimensiones.
- 2.- Con apoyo de una barra larga medir la profundidad de las lagunas de oxidación anaerobia y facultativa, anotar dimensiones.
- 3.- Comparación de las dimensiones con las establecidas en teoría.

VIII.3.- ANÁLISIS DE CONTAMINANTES PRESENTES EN EL FLUJO DE ENTRADA

VIII.3.1.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-003-SCFI-1980 PARA EL MUESTREO EN AGUAS RESIDUALES

APARATOS Y EQUIPO

- a) Recipientes para el transporte y conservación de las muestras.

Los recipientes para las muestras deben ser de materiales inertes al contenido de las aguas residuales. Se recomiendan los recipientes de polietileno o vidrio.

Las tapas deben proporcionar un cierre hermético en los recipientes y se recomienda que sean de material afín al del recipiente.

Se recomienda que los recipientes tengan una capacidad mínima de 2 dm³ (litros).

- b) Hielera o refrigerador
- c) Material común de laboratorio

IDENTIFICACIÓN DE LAS MUESTRAS

- a) Se deben tomar las precauciones necesarias para que en cualquier momento sea posible identificar las muestras. Se deben emplear etiquetas pegadas o colgadas, o numerar los frascos anotándose la información en una hoja de registro. Estas etiquetas deben contener como mínimo la siguiente información.

Identificación de la descarga.

Número de muestra.

Fecha y hora de muestreo.

Punto de muestreo.

Temperatura de la muestra.

Profundidad de muestreo.

Nombre y firma de la persona que efectúa el muestreo.

b) HOJA DE REGISTRO.

Se debe llevar una hoja de registro con la información que permita identificar el origen de la muestra y todos los datos que en un momento dado permitan repetir el muestreo.

Se recomienda que la hoja de registro contenga la información del inciso a.

Resultados de pruebas de campo practicadas en la descarga muestreada.

Cuando proceda, el gasto o flujo de la descarga de aguas residuales que se muestreo.

Descripción detallada del punto de muestreo de manera que cualquier persona pueda tomar otras muestras en el mismo lugar.

Descripción cualitativa del olor y el color de las aguas residuales muestreadas.

PROCEDIMIENTO

Cualquiera que sea el método de muestreo específico que se aplique a cada caso, debe cumplir los siguientes requisitos.

Las muestras deben ser representativas de las condiciones que existan en el punto y hora de muestreo y tener el volumen suficiente para efectuar en él las determinaciones correspondientes.

Las muestras deben representar lo mejor posible las características del efluente total que se descarga por el conducto que se muestrea.

Al efectuarse el muestreo, deben anotarse los datos según los incisos a) y b).

MUESTREO EN TOMAS.

1. Se recomienda, se instalen tomas en conductos a presión o en conductos que permitan el fácil acceso para muestrear a cielo abierto con el objeto de caracterizar debidamente las aguas residuales.
2. Las tomas deben tener un diámetro adecuado para muestrear correctamente las aguas residuales en función de los materiales que puedan contener, deben ser de la menor longitud posible, y procurar situarlas de tal manera que las muestras sean representativas de la descarga.
3. Se recomienda el uso de materiales similares a los del conducto, de acero al carbón o de acero inoxidable.
4. Se deja fluir un volumen aproximadamente igual a 10 veces el volumen de la muestra y a continuación se llena el recipiente de muestreo.

MUESTREO EN DESCARGAS LIBRES

Cuando las aguas residuales fluyan libremente en forma de chorro, debe emplearse el siguiente procedimiento.

1. El recipiente muestreador se debe enjuagar repetidas veces antes de efectuar el muestreo.
2. Se introduce el recipiente muestreador en la descarga o de ser posible, se toma directamente la muestra en su recipiente.
3. La muestra se transfiere del recipiente muestreador al recipiente para la muestra cuidando de que ésta siga siendo representativa.

MUESTREO EN CANALES Y COLECTORES.

1. Se recomienda tomar las muestras en el centro del canal o colector de preferencia en lugares donde el flujo sea turbulento a fin de asegurar un buen mezclado (si se va a evaluar contenido de grasas y aceites se deben tomar porciones, a diferentes profundidades, cuando no haya mucha turbulencia para asegurar una mayor representatividad).
2. El recipiente muestreador se debe enjuagar repetidas veces con el agua por muestrear antes de efectuar el muestreo.
3. El recipiente muestreador, atado con una cuerda y sostenido con la mano de preferencia enguantada, se introduce en el agua residual completamente y se extrae la muestra.
4. Si la muestra se transfiere de recipiente, se debe cuidar que ésta siga siendo representativa.

CIERRE DE LOS RECIPIENTES DE MUESTREO.

Las tapas o cierres de los recipientes deben fijarse de tal forma que se evite el derrame de la muestra.

1. Obtención de muestras compuesta.

2. Se recomienda que las muestras sean compuestas, para que representen el promedio de las variaciones de los contaminantes. El procedimiento para la obtención de dichas muestras es el siguiente:

a).- Las muestras compuestas se obtienen mezclando muestras simples en volúmenes proporcionales al gasto o flujo de descarga medido en el sitio y momento del muestreo.

b).- El intervalo entre la toma de cada muestra simple para integrar la muestra compuesta, debe ser el suficiente para determinar la variación de los contaminantes del agua residual.

c).- Las muestras compuestas se deben tomar de tal manera que cubran las variaciones de las descargas durante 24 horas como mínimo.

3. Preservación de las muestras.

Solo se permite agregar a las muestras los preservativos indicados en las Normas de Métodos de Prueba.

Preservar la muestra durante el transporte por medio de un baño de hielo y conservar las muestras en refrigeración a una temperatura de 277K (4°C).

Se recomienda que el intervalo de tiempo entre la extracción de la muestra y su análisis sea el menor posible y que no exceda de tres días.

HOJA DE REGISTRO DE MUESTREO

COMITÉ DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO MUNICIPAL DE COMITÁN DE DOMÍNGUEZ HOJA DE REGISTRO					
Fecha: hora del muestreo:		Temperatura caudal: Temperatura Ambiente:		Dirección del Viento:	
Localización del punto de muestreo:		Condiciones meteorológicas Lluvia (), Soleado (), Nublado ()		Núm. de muestra:	
Volumen de muestra (ml):	Preservadores: (SI) (NO)	Color:	Caudal:	Tipo de Recipiente:	
Analitos a determinar:		Observaciones:			
Ph					
Conductividad					
acidez y alcalinidad					
olor					
sólidos totales					
sólidos totales volátiles		Condiciones de transporte:			
sólidos totales fijos		Fecha y hora de recepción:			
solidos suspendidos totales					
solidos suspendidos volátiles					
solidos suspendidos fijos		Condiciones de recepción:			
solidos disueltos totales		Nombre y firma del muestreador;			
solidos disueltos volátiles					
solidos disueltos fijos					
solidos sedimentables					
Grasas y aceites					
Bacteriológico					
Cloruros totales					
Detergentes					
Materia Orgánica					

VIII.3.2.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-007-SCFI-2000 PARA LA DETERMINACIÓN DE TEMPERATURA

RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

1. Para esta determinación no se requiere preparación ni conservación de las muestras.
2. Para aguas residuales o naturales, el muestreo debe realizarse de acuerdo con lo indicado en las normas mexicanas NMX-AA-003 o NMX-AA-014, respectivamente. Las determinaciones de temperatura deben efectuarse de inmediato en el lugar de muestreo.
3. Cuando sea posible, se efectúa la determinación de temperatura directamente, sin extraer muestra, sumergiendo el termómetro en el cuerpo de agua por examinar. Cuando sea preciso extraer una muestra, se toma un volumen mínimo de 1 L para inmersión parcial en un envase de polietileno o de vidrio limpio y 500 mL para Termopar u otro instrumento, en un envase de polietileno o de vidrio limpio, se determina la temperatura de inmediato.
4. Si la temperatura del cuerpo de agua o de la descarga es apreciablemente mayor o menor que la del ambiente (diferencia de temperatura superior a 5°C), se recomienda extraer la muestra mediante un recipiente de doble pared, de tipo vaso Dewar, colocar la tapa de espuma de polietileno perforada en su centro para permitir la

introducción del termómetro y determinar de inmediato la temperatura. Aún con el uso de este tipo de recipiente, si la temperatura del líquido difiere en más de 20°C de la del ambiente, la incertidumbre sobre la temperatura en el punto muestreado puede rebasar los $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$, debido a pérdidas térmicas en el intervalo de tiempo que separa la toma de la muestra y la lectura de la temperatura.

PROCEDIMIENTO

Siempre que sea posible se debe realizar la medición directamente en el cuerpo de agua, se debe tomar en un volumen suficiente de muestra tal que el instrumento quede debidamente inmerso, esperar el tiempo suficiente para obtener mediciones constantes. Enjuagar con agua destilada el instrumento de medición.

Las lecturas se obtienen directamente de la escala del aparato medidor de temperatura, y se informan en grados Centígrados ($^{\circ}\text{C}$), con aproximación a la décima de grado ($0,1^{\circ}\text{C}$).

En el caso de aguas residuales, todas las lecturas deben hacerse en las descargas. En caso de que no sea posible, ésta puede determinarse en un punto accesible del conducto más próximo a la descarga.

En el caso de tuberías curvadas, se recomienda la inserción del vástago del termómetro en posición a lo largo del eje del tubo y de frente a la corriente aguas arriba. En tuberías de pequeño diámetro, esta posición es obligatoria.

En aquellos casos en que el fluido no se encuentre bien mezclado, debe usarse un dispositivo que produzca turbulencia aguas arriba del punto de medición.

a) Determinación de la temperatura en aguas superficiales o poco profundas cuando se requiere tomar muestra

1. Introducir el recipiente para muestreo, moverlo de manera circular durante 1 min para que se equilibre su temperatura con la del agua y retirar el recipiente con la muestra.
2. Sumergir el termómetro de mercurio para uso rutinario, en posición centrada en el recipiente, hasta la marca de inmersión parcial o hasta una graduación apropiada si el termómetro es de inmersión total. Imprimir ligeros movimientos circulares por lo menos durante 1 min hasta que la lectura del termómetro se estabilice. Si la temperatura de la muestra difiere en más de ± 5 °C de la del ambiente, repetir el muestreo a partir de 1 utilizando el vaso de doble pared. Si el termómetro es de sensor, éste debe sumergirse en el volumen mínimo de muestra y a la profundidad que recomienda el fabricante y las lecturas deben efectuarse después del tiempo de equilibrio recomendado en el manual del usuario.
3. Registrar la lectura y la altura de la columna emergente si el termómetro utilizado es de inmersión total.
4. Realizar por triplicado las operaciones 1 a 3.

b) Determinación de la temperatura en aguas residuales cuando se requiere tomar muestra:

1. La temperatura debe determinarse en el punto de la descarga o en un punto accesible del conducto más próximo al de la descarga. El recipiente para toma de muestra debe dejarse en contacto con el fluido durante un tiempo suficiente para que equilibre su temperatura con la del fluido y se procede como se indica en el inciso a)2.

INFORME DE LA PRUEBA

En el informe de la prueba se debe incluir los siguientes datos:

- Identificación completa de la muestra;
- Referencia de este método;
- La lectura de temperatura obtenida, en °C, ambiental y de la muestra;
- Fecha del análisis,
- Nombre y apellidos del responsable del análisis.

VIII.3.3.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-008-SCFI-2011 PARA LA DETERMINACIÓN DEL PH

MUESTREO Y MUESTRAS

El valor de pH puede cambiar rápidamente en la muestra de agua como resultado de procesos químicos, físicos o biológicos. Por esta razón, mida el pH lo más rápidamente posible sin exceder 6 h después de la toma de muestra.

Si éste no es el caso, pase un tubo flexible de la toma de muestras al fondo de un recipiente de muestreo y llene el recipiente hasta desbordar.

Alternativamente, enjuague el recipiente con la muestra y sumérjalo en la misma. Llene el recipiente evitando la presencia de aire. Elimine todas las burbujas de aire de la muestra por agitación suave y tapando el recipiente.

Analice a más tardar 24 h después de la toma de muestra. Evite los cambios bruscos de temperatura y el intercambio gaseoso con la atmósfera.

Ejemplo: sumergir botella winkler, y taparla dentro de la muestra evitando la turbulencia.

PROCEDIMIENTO

1. Preparación

Mida la temperatura de las disoluciones amortiguadoras de pH (véase 15.8) ajuste el control de la temperatura del potenciómetro. De acuerdo con las instrucciones del fabricante, considere la posibilidad del punto isopotencial.

Las disoluciones amortiguadoras de pH y las muestras deben tener la misma temperatura, cuando sea posible.

2. Calibración en dos puntos

Para llevar a cabo la calibración del medidor de pH o potenciómetro siga las instrucciones del fabricante del equipo. Lea cuidadosamente el manual del mismo, ya que parámetros como la compensación de temperatura, el reconocimiento automático de disoluciones de calibración, estabilidad de las lecturas, intervalos permisibles de la pendiente y el punto de isopotencial, pueden influir adversamente en la calibración e incluso dar lugar a errores sistemáticos.

Al margen de la diversidad de medidores de pH existentes, los cuales cubren un amplio intervalo de complejidad y funciones automatizadas, las siguientes prácticas deben observarse durante la calibración:

- Lave el electrodo con agua y sumérralo en la disolución amortiguadora. Agite la disolución suavemente con el electrodo y permita que la disolución repose (tome la lectura sin agitación).
- Deben elegirse las disoluciones amortiguadora para pH B, C, D, F o I de modo que el pH esperado de la muestra se encuentre dentro del intervalo de las disoluciones amortiguadoras de pH utilizadas.
- El punto de iso-potencial debe caer en un intervalo $\Delta\text{pH} < 0.5$
- La tabla A1 en el apéndice informativo A muestra los intervalos permisibles de la pendiente.

NOTA: Debe elegirse la disolución reguladora de pH B, C, F o I de modo que el pH esperado de la muestra se encuentre dentro del intervalo de las disoluciones amortiguadoras de pH utilizadas.

CÁLCULO DE pH PARA DIVERSAS TEMPERATURAS

El pH debe estar referido a 25 °C. Si el valor es medido a diferente temperatura, debe indicarse. Si es necesario, expresar el pH para otras temperaturas diferentes a la medición, utilizar el cálculo siguiente:

$$pH_{25} = pH_{tm} + \Delta pH_{tm}$$

Donde

pH_{25} es el pH a 25 °C

pH_{tm} es el pH a la temperatura de la medición

ΔpH_{tm} es la desviación de pH con referencia a 25 °C para la temperatura de la medición

NOTA 6: El cálculo es válido para las aguas con una capacidad amortiguadora de pH debida principalmente a los iones de bicarbonato.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Reportar el pH con las cifras decimales indicadas por el instrumento.

Reportar la temperatura a la cual se efectuó la medición.

EJEMPLOS:

pH 8.450, medido a 10.2 °C.

pH 7.62, medido a 16.4 °C en el laboratorio 2 h después de la toma de muestras.

INFORME DE ENSAYO

El informe de ensayo deberá contener la siguiente información:

1. Una referencia a esta norma mexicana.
2. Identificación precisa de la muestra, localización de la fuente, hora de muestreo, procedimiento de muestreo y el tiempo transcurrido entre la toma y medición de la muestra.
3. La expresión de los resultados de acuerdo a 11.
4. Reportar el valor obtenido de pH, junto con la estimación de su incertidumbre expandida asociada. Dos cifras significativas son usualmente suficientes.

Ejemplos

pH = 8.45 ± 0.03 , con un intervalo de confianza del 95 %, medido a 10.2 °C.

pH = 7.62, U = 0.03, con un factor de cobertura $k = 2$, medido a 16.4 °C en el laboratorio, 2 h después de la toma de muestras.

VIII.3.4.- DETERMINACIÓN DE CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

DETERMINACIÓN DE CONDUCTIVIDAD

MUESTREO Y PRESERVACIÓN

El análisis puede ser realizado tanto en campo como en el laboratorio.

Si el análisis no es realizado durante las 24 horas de recolectada la muestra, ésta debe ser filtrada con un filtro de 0.45micras y preservada a 4°C hasta 28 días luego de su recolección. El filtro y el equipo de filtración deben ser enjuagados con agua destilada y desionizada, y previo a su uso, enjuagarlos con la muestra a filtrar.

EQUIPOS Y MATERIALES

- Medidor de conductividad.
- Celda de conductividad.
- Termómetro con precisión de 0.1°C, en el rango de 20-30°C, o sensor de temperatura en el equipo.
- Matraz aforado de 1 L.
- Vasos de bohemia.

REACTIVOS

Agua destilada y desionizada.

Solución estándar de KCl 0.01 M:

Disolver 0.7456 g de cloruro de potasio (KCl) secado previamente 2 horas a 105°C en agua destilada y diluir a 1 L en matraz aforado a 25°C. Esta solución estándar de referencia tiene, a 25°C, una conductividad de 1412 mmhos/cm. Preservar dicha solución en un frasco de vidrio de borosilicato.

PROCEDIMIENTO

Es preferible que la medida sea realizada a 25°C, en caso contrario se deben realizar las correcciones necesarias para la temperatura de trabajo y el resultado final debe ser informado a 25°C.

1.-Seguir las instrucciones del medidor de conductividad utilizado.

2.-Determinación de la constante de la celda:

Enjuagar la celda de conductividad con al menos tres porciones de la solución de KCl 0.01 M. Ajustar la temperatura de la cuarta porción a 25.0 ± 0.1°C o realizar las correcciones necesarias para que el valor quede determinado a 25°C y medir.

Si el medidor de conductividad lee resistencia (R) en ohms, medir la resistencia de esta cuarta porción y la temperatura. Calcular la constante de la celda, C, como:

$$C, \text{ cm}^{-1} = 0.001412 R_{\text{KCl}} * [1 + 0.019*(T-25)]$$

Dónde:

R_{KCl} = resistencia medida en ohms.

T = temperatura en °C.

3.- Medida de la conductividad:

Enjuagar la celda de conductividad con una o más porciones de la muestra a medir.

Ubicar la celda en la muestra de tal manera que no queden retenidas burbujas de aire.

Ajustar la temperatura de la muestra a $25.0 \pm 0.1^\circ\text{C}$ o realizar las correcciones necesarias para que el valor quede determinado a 25°C .

Medir la resistencia o la conductividad de la muestra.

CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Cuando se mide resistencia de la muestra, la conductividad a 25°C es:

$$K, \mu\text{mhos/cm} = \frac{1\,000\,000 \times C}{R_m [1 + 0.019(T-25)]}$$

Dónde:

k = conductividad

C = constante de la celda en cm^{-1}

R_m = resistencia medida de la muestra en ohms.

T = temperatura de medida en °C.

Cuando se mide conductividad de la muestra sin compensación de temperatura, la conductividad a 25°C se calcula como:

$$K, \mu\text{mho/cm} = (\text{km}) / [1+0.0191(T-25)]$$

Dónde:

km = conductividad medida en mmho/cm a T °C

T = temperatura de medida en °C.

Ciertos instrumentos poseen compensación de temperatura y leen la conductividad en unidades de $\mu\text{mho/cm}$, en dicho caso la lectura es corregida automáticamente a 25°C, y se reporta directamente el valor medido.

Tabla de equivalencias:

$$\text{S/m} = (\text{ohms-m})^{-1}$$

$$\text{mho/cm} = (\text{ohms-cm})^{-1}$$

$$\mu\text{S/cm} = \mu\text{mho/cm}$$

VIII.3.5.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-006-SCFI-2010 PARA LA DETERMINACIÓN DE MATERIA FLOTANTE

RECOLECCIÓN DE MUESTRAS

Debe tomarse un mínimo de 3 litros de muestra. La muestra debe ser simple y tomada directamente de la descarga; cuando esto no sea posible, utilizar un recipiente de muestreo.

El análisis debe realizarse en campo

No se debe preservar la muestra.

Tiempo máximo previo de la prueba: no aplica.

MATERIALES

- Malla metálica con abertura entre 2.8 mm y 3.3 mm.
- Recipiente de boca ancha con un volumen que se encuentre entre 3 y 5 litros
- Agitador de vidrio con gendarme
- Espátula

PROCEDIMIENTO

1. Verter la muestra a través de la malla, teniendo cuidado de que la materia flotante que sobrenada, quede retenida en dicha malla.
2. Arrastrar con agitador de vidrio o una espátula o una espátula hacia la malla toda aquella materia flotante que quedara sobre la superficie

de la muestra que se está vertiendo o aquella adherida a las paredes del recipiente.

3. Interpretación

4. Inmediatamente después de filtrar la muestra, se procede a examen de la malla.

5. El informe depende de la presencia o ausencia de materia flotante retenida en la malla. Reportar como ausencia de materia flotante, si al examinar la malla no se observa a simple vista materia retenida. Reportar como presencia de materia flotante, si al revisar visualmente la malla se encuentran partículas retenidas.

VIII.3.6.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-034-SCFI-2001 PARA LA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS Y SALES

RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Deben tomarse un mínimo de 500 mL de muestra en envases de polietileno y taparse inmediatamente después de la colecta. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

No se requiere de ningún tratamiento específico en campo.

Debe preservarse la muestra a 4°C hasta su análisis.

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 h posteriores a su colecta. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

MATERIAL Y EQUIPO

Se hace una lista de material y equipo que involucra las determinaciones de sólidos totales (ST), sólidos totales volátiles (STV), sólidos suspendidos totales (SST), sólidos suspendidos volátiles (SSV) y sales disueltas (SDT).

- Capsula de porcelana de 100 ml
- Crisol Gooch de porcelana de 50 ml.
- Pinzas para estufa de secado.
- Discos de fibra de vidrio (filtros).

- Matraz Kitazato de 500 ml.
- Probeta graduada de 50 ml.
- Bomba de vacío.
- Balanza analítica.
- Desecador de vidrio o desecador de aluminio.
- Estufa de secado (105°C).
- Mufla de secado (105°C)
- Mufla para calcinación (550 ± 50°C)
- Pinzas para mufla.
- Guantes de asbesto.
- Silica gel.
- Cono de vidrio Imhoff.
- Varilla de vidrio como agitador.

REACTIVOS Y SOLUCIONES

Las determinaciones de este parámetro no requieren reactivos ni soluciones preparadas en forma especial.

- Cloruro férrico FeCl₃.

Se disuelva 5g de cloruro férrico en un volumen de 50 ml de agua destilada tibia.

Esta solución se usa para marcar las capsulas y crisoles de porcelana

PROCEDIMIENTOS Y CÁLCULOS

SÓLIDOS TOTALES (ST)

Los sólidos totales se presentan la totalidad de material suspendido y disuelto que contiene el agua y se determina evaporando y secando la muestra de agua a una temperatura definida.

1. En una capsula de porcelana puesta previamente a peso constante (P_1), colocar 50 ml de muestra y llevarlos a evaporación total en la estufa la cual debe mantener una temperatura de 105 °C.

$$P_1 = 338.6 \text{ gr}$$

2. Terminada la evaporación de la muestra enfriar la capsula en el desecador por un tiempo aproximado de 1h y pesar nuevamente, obteniéndose el peso dos (P_2).

3. Las ppm de sólidos totales se calculan con la siguiente formula:

$$\text{ppm}_{(\text{SST})} = \frac{(P_1 - P_2) \times 10^6}{V}$$

En Donde:

P_1 = peso de la capsula de porcelana en condiciones de peso constante, en g.

P_2 = peso de la capsula de porcelana después de la evaporación, en g.

V = volumen de la muestra para el análisis en ml.

10^6 = factor de conversión.

SÓLIDOS TOTALES VOLÁTILES (STV)

1. Colocar la capsula de porcelana de peso dos (P_2) en la mufla, para calcinación a $550 \pm 50^\circ\text{C}$ por un tiempo de 15 minutos.
2. Finalizada la calcinación enfriar la capsula en el desecador por un tiempo aproximado de 1 h y pesar, se obtiene el peso (P_3).
3. Las ppm de solidos totales volátiles se calculan con la siguiente formula

$$\text{ppm}_{(\text{SST})} = \frac{(P_2 - P_3) \times 10^6}{V}$$

En donde

P_2 = peso de la capsula de porcelana antes de la calcinación (g).

P_3 = peso de la capsula de porcelana después de la calcinación (g).

V = volumen de la muestra para el análisis en ml.

10^6 = factor de conversión.

SOLIDOS TOTALES FIJOS (STF)

Los sólidos totales fijos se calculan por diferencia entre solidos totales y los sólidos totales volátiles, mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Ppm}_{(\text{SST})} = \frac{(P_1 - P_3) \times 10^6}{V}$$

SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES (SST)

Preparación Del Crisol Gooch.

- 1.- colocar el crisol Gooch en el matraz Kitazato el cual está conectado a la bomba de vacío.
- 2.- poner un disco de fibra de vidrio en el fondo del crisol.
- 3.- Aplicando vacío lavar el disco con 3 porciones sucesivas de agua destilada.
- 4.- trasladar el crisol a una estufa de secado con temperatura de 105 °C y por un tiempo aproximado de 1h.
- 5.- enfriar en el desecador.

Los sólidos suspendidos totales es la materia que puede ser retenida a través de un disco de fibra de vidrio después de una filtración y, posteriormente secada a una temperatura de 105 °C.

- 1.- Medir con una probeta, un 50ml volumen de muestra previamente homogeneizada la cual depende de la concentración esperada de sólidos suspendidos.
- 2.- Filtrar la muestra a través del crisol Gooch preparado previamente puesto a peso constante y equipado con un disco de fibra de vidrio (P₁) aplicando vacío.
- 3.- secar el crisol en una estufa la cual mantiene una temperatura de 105 °C durante una hora.
- 4.-Enfriar el crisol en un desecador por un tiempo aproximado de 1 hora y pesar (P₂).

5.- las ppm de sólidos suspendidos totales se calculan con la siguiente ecuación.

$$\text{ppm}_{(\text{SST})} = \frac{(P_1 - P_2) \times 10^6}{V}$$

En dónde.

P₁= peso del crisol Gooch en condiciones de peso constante (g).

P₂= peso del crisol Gooch con residuo (g)

V= volumen de muestra para filtración en ml.

10⁶ = factor de conversión.

SOLIDOS SUSPENDIDOS VOLÁTILES (SSV)

1. Después de obtener el segundo peso colocar el crisol Gooch en la mufla para calcinación a 550 ± 50 °C y por un tiempo de 15 minutos.
2. Enfriar en el desecador por un tiempo aproximado de 1 h y pesar (P₃).
3. Las ppm de solidos suspendidos volátiles se calculan con la siguiente ecuación.

$$\text{Ppm}(\text{SST}) = \frac{(P_2 - P_3) \times 106}{V}$$

En dónde.

P₂= peso del crisol Gooch antes de la calcinación (g).

P₃= peso del crisol Gooch después de la calcinación (g)

V= volumen de muestra para filtración en ml.

106 = factor de conversión.

SOLIDOS SUSPENDIDOS FIJOS (SSF).

Los sólidos suspendidos fijos se calculan por diferencia de los sólidos suspendidos totales y los sólidos suspendidos volátiles.

$$\text{ppm}_{(\text{SSF})} = \text{ppm}_{(\text{SST})} - \text{ppm}_{(\text{SSV})}$$

SALES

Estas se calculan a partir de la diferencia de sólidos totales y sólidos suspendidos totales.

$$\text{ppm}_{(\text{sales})} = \text{ppm}_{(\text{ST})} - \text{ppm}_{(\text{SST})}$$

VIII.3.7.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-004-SCFI-1977 PARA LA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES

RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Colectar un volumen de muestra homogéneo y representativo superior a 1 L en un frasco de polietileno o vidrio con tapa de boca ancha, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente.

No se recomienda la adición de agentes preservadores. Transportar la muestra y mantenerla a 4°C hasta realizar el análisis. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 h posteriores a su colecta. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

MATERIALES

- Frasco de polietileno o vidrio con un mínimo de capacidad de 1 litro, con tapa;
- Cono de sedimentación tipo Imhoff de vidrio o plástico;
- Bases para Conos Imhoof;
- Agitador largo de vidrio, y
- Reloj.

PROCEDIMIENTO

- 1.- Mezclar la muestra original a fin de asegurar una distribución homogénea de sólidos suspendidos a través de todo el cuerpo del líquido.
- 2.- Colocar la muestra bien mezclada en un cono Imhoff hasta la marca de 1 L. Dejar sedimentar 45 min, una vez transcurrido este tiempo agitar suavemente los lados del cono con un agitador o mediante rotación, mantener en reposo 15 min más y registrar el volumen de sólidos sedimentables del cono como mL/L. Si la materia sedimentable contiene bolsas de líquido y/o burbujas de aire entre partículas gruesas, evaluar el volumen de aquellas y restar del volumen de sólidos sedimentados.
- 3.- En caso de producirse una separación de materiales sedimentables y flotables, no deben valorarse estos últimos como material sedimentable.

CÁLCULOS

- 1.- Tomar directamente la lectura de sólidos sedimentables del cono Imhoff.
- 2.- Reportar la lectura obtenida en mL/L.

VIII.3.8.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-036-SCFI-2001 PARA LA DETERMINACIÓN DE ACIDEZ Y ALCALINIDAD

RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Recolectar por lo menos 500 mL de muestra en frascos de vidrio, polietileno o polipropileno. Siempre debe enjuagarse el frasco con una porción de la muestra.

Llenar las botellas completamente y tapar herméticamente, ya que las muestras de aguas residuales pueden estar sujetas a la acción microbiana y a pérdidas o ganancias de CO₂ u otros gases cuando se exponen al aire.

Evitar la agitación de la muestra y su exposición prolongada al aire.

Conservar a una temperatura de 0°C a 4 °C hasta su análisis.

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 24 h.

REACTIVOS Y PATRONES

Los reactivos que requiere el método deben ser grado reactivo a menos que se indique otro grado.

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:

- a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 min;
- b) Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C: 5,0 máx, y
- c) pH: 5,0 a 8,0.

1.- Agua libre de CO₂

Preparar todas las disoluciones con agua destilada o desionizada que ha sido hervida recientemente durante 15 min y enfriar a temperatura ambiente.

Al final el pH del agua debe ser ≥ 6 y su conductividad $< 2 \mu\text{S}/\text{cm}$.

- 2.- Biftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)
- 3.- Carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) patrón primario
- 4.- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), o ácido clorhídrico concentrado (HCl)
- 5.- Naranja de metilo
- 6.- Fenolftaleína
- 7.- Hidróxido de sodio (NaOH)
- 8.- Peróxido de hidrógeno al 30 % v/v (H_2O_2)
- 9.- Tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- 10.- Etanol
- 11.- Cloroformo
- 12.- Disolución de ácido sulfúrico o ácido clorhídrico (0,1 N).
Diluir 8,3 mL de ácido clorhídrico concentrado ó 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado en 1L con agua libre de CO_2 .
- 13.- Disolución de ácido sulfúrico o clorhídrico (0,02 N).
Diluir 200 mL de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico 0,1 N (ver inciso 5.12) a 1 L de agua.
- 14.- Disolución de hidróxido de sodio (0,1 N).
Pesar aproximadamente y con precisión 4,0 g de hidróxido de sodio disolver y diluir a 1 L con agua.
- 15.- Disolución de hidróxido de sodio (0,02 N).
Transferir 200 mL de la solución de NaOH 0,1 N a un matraz volumétrico de 1L. Diluir a 1L con agua.

16.- Disolución de tiosulfato de sodio pentahidratado (0,1 M).

Pesar aproximadamente y con precisión 25,0 g de tiosulfato de sodio y diluir a 1 L con agua agregar 5 mL de cloroformo como preservador.

17.- Disolución indicadora de naranja de metilo.

Pesar aproximadamente y con precisión 0,5 g del colorante naranja de metilo y aforar a 1L con agua. Filtrar la disolución fría para remover cualquier precipitado que se forme. O bien, pesar aproximadamente y con precisión 0,5 g de la sal de sodio y diluir a 1 L con agua, si es necesario filtrar cuando esté fría la disolución.

18.- Disolución indicadora de fenolftaleína.

Pesar aproximadamente y con precisión 5,0 g de fenolftaleína y disolver en 500 mL de etanol, añadir 500 mL de agua con agitación constante.

Filtrar si hay formación de precipitado.

PROCEDIMIENTO

a) Valoración de las disoluciones

a.1) Valoración del ácido sulfúrico o ácido clorhídrico (0,02 N) (ver 13).

Pesar aproximadamente y con precisión 0,026 5 g del patrón primario de carbonato de sodio, secado 105°C (ver inciso 5.3), añadir unos 25 mL de agua y unas gotas de la disolución de naranja de metilo (ver 17), valorar con el ácido hasta el vire del indicador (de canela a amarillo).

Calcular la normalidad del ácido con la siguiente fórmula:

$$N = \frac{A}{B \times 53} \times 1\,000$$

Dónde:

N es la normalidad del ácido usado, equivalentes/L.

A son los gramos de carbonato de sodio.

B son los mL de ácido utilizados.

53 son los gramos por equivalente de carbonato de sodio.

a.2) Valoración del hidróxido de sodio (0,02 N).

Pesar aproximadamente y con precisión 0,102 g de biftalato de potasio secado a 105°C (ver inciso 5.2), añadir unos 25 mL de agua y unas gotas de la disolución de fenolftaleína (ver inciso 5.18), titular con la disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 5.15) hasta el vire del indicador (de incoloro a rosa). Calcular la normalidad del hidróxido con la siguiente fórmula:

$$N = \frac{A}{B \times 204,2} \times 1\,000$$

Dónde:

N es la normalidad del hidróxido de sodio, equivalentes/L;

A son los gramos de biftalato de potasio;

B son los mL de hidróxido de sodio utilizados, y

204,2 son los gramos por equivalente de biftalato de potasio.

b) Acidez

Pretratamiento de la muestra.

En caso de detectarse la presencia de cloro residual, eliminar la interferencia añadiendo 0,1 mL de la disolución de tiosulfato de sodio 0,1 M.

Si la muestra se encuentra libre de iones metálicos hidrolizables y cationes polivalentes en su forma reducida, proceder como se indica a partir del inciso 1

Las muestras de desechos industriales y drenajes que contengan concentraciones mayores a 1 mg/L de iones metálicos, tales como hierro, aluminio, manganeso, deben tratarse con peróxido de hidrógeno caliente. Este tratamiento con peróxido caliente consiste en pasar 100 mL de muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Medir el pH, si el pH está alrededor de 4,0 adicionar alícuotas de 5,0 mL de ácido sulfúrico (0,02 N) valorada hasta reducir el pH a menos de 4. Adicionar 5 gotas de peróxido de hidrógeno al 30 % y hervir la muestra de 2 min a 5 min. Registrar el volumen total de ácido sulfúrico (0,02 N) agregado. Enfriar a temperatura ambiente y titular.

1.- Transferir 100 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 2 gotas de disolución indicadora de fenolftaleína e introducir la barra magnética. Titular con disolución de hidróxido de sodio valorada hasta el vire del indicador (de incoloro a rosa), registrar el volumen empleado en la titulación (acidez total).

2.- Transferir 100 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 2 gotas de disolución indicadora de naranja de metilo e introducir la barra magnética. Iniciar la agitación y titular con disolución de hidróxido de sodio valorada hasta el vire del indicador, registrar el volumen empleado en la titulación. Calcular la acidez, tomando en cuenta el vire del indicador (de amarillo a canela) (acidez al anaranjado de metilo).

Alcalinidad

- 1.- Transferir 100 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- 2.- Adicionar 2 gotas de disolución indicadora de fenolftaleína.
- 3.- Titular con la disolución valorada de ácido (0,02 N) hasta el vire de la fenolftaleína (de rosa a incoloro), registrar los mililitros gastados (alcalinidad a la fenolftaleína). Adicionar 2 gotas de la disolución indicadora de naranja de metilo.
- 4.- Continuar con la titulación hasta alcanzar el vire del naranja de metilo. (de canela a amarillo), alcalinidad total.
- 5.- Registrar los volúmenes para ambos puntos finales.
- 6.- Calcular la alcalinidad, tomando en cuenta el vire de los indicadores.

CÁLCULOS

Acidez total como CaCO₃ en mg /L

$$\text{Acidez total como CaCO}_3 \text{ en mg /L} = \frac{[(A \times B) - (C \times D)] (50) (1\ 000)}{100}$$

Dónde:

- 100 es el volumen de la muestra en mL;
- A es el volumen de NaOH utilizado al vire de la fenolftaleína;
- B es la normalidad de la disolución de NaOH;
- C son los mL de H₂SO₄ utilizados en el tratamiento con peróxido;
- D es la normalidad del H₂SO₄ utilizado;
- 50 es el factor para convertir eq/L a mg CaCO₃/L, y
- 1 000 es el factor para convertir mL a L.

Alcalinidad total como CaCO₃ en mg /L, mediante la siguiente

$$\text{Alcalinidad total como CaCO}_3 \text{ en mg /L} = \frac{AXN}{100}(50)(1\ 000)$$

Dónde:

A es el volumen total gastado de ácido en la titulación al vire del anaranjado de metilo en mL;

N es la normalidad de la disolución de ácido;

100 es el volumen de la muestra en mL;

50 es el factor para convertir eq/L a mg CaCO₃/L, y

1 000 es el factor para convertir mL a L.

REPORTE DE RESULTADOS

Reportar la acidez y/o alcalinidad en mg CaCO₃/L con la precisión correspondiente.

INTERFERENCIAS

No deben eliminarse los sólidos suspendidos de la muestra, ya que pueden contribuir a su acidez o alcalinidad.

Las muestras que contienen iones oxidables o hidrolizables como: Hierro (ferroso y férrico), aluminio y manganeso en concentraciones altas, causan desviaciones en los puntos finales.

VIII.3.9.- APLICACIÓN DE LA NMX-AA-005-SCFI-2000 PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES

RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

De la superficie del cuerpo de agua coleccionar un volumen de aproximadamente 1 L de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha y tapa de cubierta de politetrafluoroetileno, poliamida, PVC polietileno o metálica. Ya que pueden ocurrir pérdidas de grasas y aceites por el equipo de muestreo, no se permite la colecta de una muestra compuesta. Dado que la muestra entera se ocupa en esta prueba, no se pueden tomar alícuotas de la muestra para realizar otro tipo de análisis.

En caso de existir la presencia de aceites emulsionados en el agua a muestrear, la muestra se toma de 20 cm a 30 cm de profundidad, cuando no haya mucha turbulencia para asegurar una mayor representatividad.

La muestra debe preservarse por acidificación con ácido clorhídrico 1:1 a un valor de pH menor a dos y refrigerarlas a 4°C.

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

PROCEDIMIENTO

1.- Medir el pH de las muestras el cual debe ser menor de 2, si no tiene este valor acidifique con ácido clorhídrico 1:1 ó ácido sulfúrico 1:1.

- 2.- Para muestras con un pH menor de 8 unidades generalmente es suficiente con adicionar 50 ml de ácido clorhídrico 1:1 ó 2 mL de ácido sulfúrico 1:1.
- 3.- Preparar los matraces de extracción introduciéndolos a la estufa a una temperatura de 103°C - 105°C, enfriar en desecador y pesarlos, repetir el procedimiento hasta obtener el peso constante de cada uno de los matraces.
- 4.- Preparar el material filtrante colocando un papel filtro en el embudo Büchner, colocar el embudo en un matraz Kitazato y agregar 100 mL de la suspensión de tierra de diatomeas-sílice sobre el filtro, aplicar vacío y lavar con 100 mL de agua.
- 5.- Transferir el total de la muestra acidificada al embudo Büchner preparado aplicando vacío hasta que cese el paso de agua. Medir el volumen de la muestra.
- 6.- Con ayuda de unas pinzas, transferir el material filtrante a un cartucho de extracción. Limpiar las paredes internas del embudo y el frasco contenedor de la muestra, así como la parte interna de la tapa del frasco con trozos de papel filtro previamente impregnados de disolvente (hexano) tener cuidado en remover la película de grasa y los sólidos impregnados sobre las paredes; colocar los trozos de papel en el mismo cartucho.
- 7.- Secar el cartucho en una estufa a 103°C - 105°C por un período de 30 min. Transcurrido este período colocar en el equipo Soxhlet.
- 8.- Adicionar el volumen adecuado de hexano al matraz de extracción previamente puesto a peso constante y preparar el equipo Soxhlet. Evitar

tocar con las manos el cartucho y el matraz de extracción, para ello utilizar pinzas o guantes de látex.

9.- Colocar el equipo de extracción sobre la parrilla de calentamiento, controlar la temperatura del reflujo y extraer a una velocidad de 20 ciclos/hora durante un período de 4 h.

10.- Una vez terminada la extracción retirar el matraz del equipo Soxhlet, y evaporar el disolvente.

11.- El matraz de extracción libre de disolvente se coloca en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.

12.- Pesarse el matraz de extracción y determinar la concentración de grasas y aceites recuperables.

CÁLCULOS

Calcular las grasas y aceites recuperables (G y A) en la muestra usando la siguiente ecuación:

$$G \text{ y } A \text{ (mg/L)} = (A - B) / V$$

Dónde:

A es el peso final del matraz de extracción (mg);

B es el peso inicial del matraz de extracción (mg), y

V es el volumen de la muestra, en litros.

Reportar los resultados del análisis en mg/L.

A=

B= 102.8309 gr

V= 515 ml

INTERFERENCIAS

Los hexanos tienen la facilidad de disolver no solamente las grasas y aceites minerales y vegetales, sino también otras sustancias como azufre elemental, tintes y otros compuestos orgánicos.

Existen pérdidas importantes de hidrocarburos de cadena corta y aromáticos simples con puntos de ebullición menores a 150°C.

Puede obtenerse interferencia positiva durante el secado del residuo debido a la adsorción de humedad si no se utiliza un desecador.

IX.- RESULTADOS, PLANOS, GRÁFICOS, Y PROGRAMAS

RESULTADOS

IX.1.- MEDICIÓN DEL CAUDAL

Se determinó la hora y el día de acuerdo a experiencia de trabajadores de la planta donde comentan que a las 12:00 hr es aproximadamente donde se encuentra la mayor descarga de flujo. Pues llega los caudales provenientes del rastro municipal y la planta industrial "Frituras y Botanas TOTIS".

La distancia para la determinación es de 21 metros, el punto de inicio es la salida del desarenador. El punto final se encuentra en el registro anterior a la caja de distribución. Se determinó esta ubicación pues es la única distancia donde el flujo es homogéneo. El resultado es multiplicado por dos pues son dos tuberías con flujo que están en esa línea.

Tubería de pvc de 60 pulgadas $D_i = 1.524$ m

Fecha viernes 28 de septiembre del 2012 hora: 12: 30 pm

Datos climatológicos.

Soleado

Temperatura: 18 °C

Temperatura del flujo: 20 °C

Área del tubo = $\pi \cdot D_i^2 / 4 = 3.14 \cdot 1.6 \cdot ((1.524 \cdot 2) / 4) = 2.394 \text{ m}^2$

Velocidad = distancia / tiempo = $21 \text{ m} / 45.27 \text{ s} = .464 \text{ m/s}$

Caudal = $2.394 \text{ m}^2 \cdot .464 \text{ m/s} = 1.110816 \text{ m}^3/\text{s}$

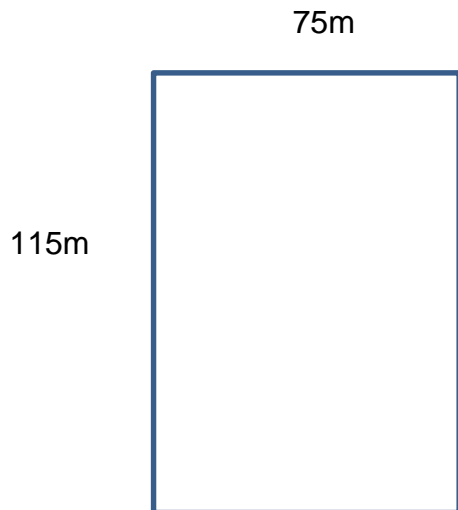
El área calculada es transversal en el canal pero el flujo no ocupa toda el área del canal, ocupa 1/4 del área, por lo tanto se ara la división.

Caudal = $1110.816 \text{ litros/s} / 4 = 277.704 \text{ litros/ segundo}$

IX.2.- DIMENSIONES DE LAS LAGUNAS

IX.2.1.- ANAEROBIA MODULO A

Dimensiones tomadas



	TEÓRICA	DISEÑO	REAL
PROFUNDIDAD	2 A 5 METROS	4.5 METROS	29 CM

Profundidad Medida del agua sin lodos

Profundidad en (m)	1.15	.45	.87	.13	0	1.32
--------------------	------	-----	-----	-----	---	------

OBSERVACIONES

Nivel promedio del agua sin lodos = 29 cm

En la laguna se presentan herbaje en desarrollo.

Estancamiento de basura inorgánica.



Grafico IX.2.1.1 se presenta herbaje y basura inorgánica en la laguna anaerobia del módulo “A”.

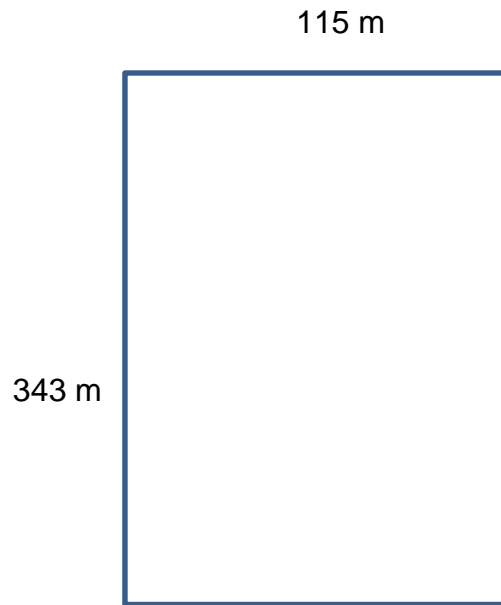


Grafico IX.2.1.2 Laguna Anaerobia del módulo “A”

En el grafico IX.2.2 se aprecia el levantamiento de la geomembrana en el centro de la laguna.

IX.2.2.- FACULTATIVA MODULO A

Dimensiones Tomadas.



	TEÓRICA	DISEÑO	REAL
PROFUNDIDAD	1 A 2 METROS	1.5 METROS	.62 METROS

Profundidad Medida del agua sin lodos

Profundidad en (m)	1.1	.75	.60	.0	65
--------------------	-----	-----	-----	----	----

Nivel promedio de agua en la laguna sin lodos:

.62 metros de agua

Se presentan levantamientos en forma de burbuja a lo largo de toda la geomembrana de la laguna.

IX.3.- HOJAS DE REGISTRO

Fecha: 03/12/2012 hora del muestreo:12:27		Temperatura: 20 °C	Dirección del Viento: Este a oeste	
Localización del punto de muestreo: Profundidad 20 cm Caja de distribución		Condiciones meteorológicas Lluvia (), Soleado (x), Nublado ()		Núm. de muestra: 1
Volumen de muestra (ml): 500 ml	Preservadores: (SI) (NO)	Color: Café-rojizo	Caudal: 166 l/s	Tipo de Recipiente: vaso de muestreador
Analitos a determinar:		Observaciones:		
Ph		Determinación de temperatura Análisis de campo,		
Conductividad				
acidez y alcalinidad				
sólidos totales				
sólidos totales volátiles		Condiciones de transporte: xxxxxxxx		
sólidos totales fijos		Fecha y hora de recepción: xxxxxxxx		
solidos suspendidos totales				
solidos suspendidos volátiles		Condiciones de recepción: xxxxxxxx		
solidos suspendidos fijos				
solidos disueltos totales		Nombre y firma del muestreador; Guillermo herrera Gabriel		
solidos disueltos volátiles				
solidos disueltos fijos				
solidos sedimentables				
Grasas y aceites				
Bacteriológico				
Detergentes				
Materia Orgánica				

Fecha: 03/12/2012 hora del muestreo:12:35		Temperatura: 20 °C	Dirección del Viento: Este a oeste		
Localización del punto de muestreo: Profundidad 30 cm Caja de distribución		Condiciones meteorológicas Lluvia (), Soleado (x), Nublado ()		Núm. de muestra: 2	
Volumen de muestra (ml): 500 ml	Preservadores: (SI) (NO)	Color: Café-rojizo	Caudal: 166 l/s	Tipo de Recipiente: vidrio	
Analitos a determinar:		Observaciones:			
Ph	X	LA DETERMINACIÓN DE PH SE REALIZARA EN EL LABORATORIO PUES EL POTENCIÓMETRO DISPONIBLE NO ES PORTÁTIL			
Conductividad					
acidez y alcalinidad					
sólidos totales					
sólidos totales volátiles					Condiciones de transporte: xxxxxxx
sólidos totales fijos					
solidos suspendidos totales					
solidos suspendidos volátiles					Fecha y hora de recepción: xxxxxxx
solidos suspendidos fijos					
solidos disueltos totales					Condiciones de recepción: xxxxxxx
solidos disueltos volátiles					
solidos disueltos fijos					
solidos sedimentables					
Grasas y aceites		Guillermo herrera Gabriel Nombre y firma del muestreador;			
Bacteriológico					
Detergentes					
Materia Orgánica					

Fecha: 03/12/2012 hora del muestreo:12:41		Temperatura: 20 °C	Dirección del Viento: Este a oeste	
Localización del punto de muestreo: Profundidad 50 cm Caja de distribución		Condiciones meteorológicas Lluvia (), Soleado (x), Nublado ()		Núm. de muestra: 3
Volumen de muestra (ml): 2000 ml	Preservadores: (SI) (NO)	Color: Café-rojizo	Caudal: 166 l/s	Tipo de Recipiente: plastico
Analitos a determinar:		Observaciones:		
Ph		Condiciones de transporte: hielera a 4 °C Fecha y hora de recepción: 03/12/12 Condiciones de recepción: Guillermo herrera Gabriel Nombre y firma del muestreador;		
Conductividad				
acidez y alcalinidad				
Olor	x			
Materia flotante				
sólidos totales	X			
sólidos totales volátiles	X			
sólidos totales fijos	X			
solidos suspendidos totales	X			
solidos suspendidos volátiles	X			
solidos suspendidos fijos	X			
solidos disueltos totales	X			
solidos disueltos volátiles	X			
solidos disueltos fijos	X			
solidos sedimentables	X			
Grasas y aceites				
Bacteriológico				
Detergentes				
Materia Orgánica				
Cloruros Totales	x			

Fecha: 03/12/2012 hora del muestreo:12:50		Temperatura: 20 °C	Dirección del Viento: Este a oeste	
Localización del punto de muestreo: Profundidad 15 cm Caja de distribución		Condiciones meteorológicas Lluvia (), Soleado (x), Nublado ()		Núm. de muestra: 4
Volumen de muestra (ml): 3000 ml	Preservadores: (SI) (NO)	Color: Café-rojizo	Caudal: 166 l/s	Tipo de Recipiente: VIDRIO
Analitos a determinar:		Observaciones:		
Ph		LA MALLA UTILIZADA FUE DE 2.4 MM POR SER LA ÚNICA EN EXISTENCIA		
Conductividad	X			
acidez y alcalinidad				
Olor				
Materia flotante	X			
sólidos totales				
sólidos totales volátiles				
sólidos totales fijos				
solidos suspendidos totales				
solidos suspendidos volátiles				
solidos suspendidos fijos		Condiciones de transporte: hielera a 4 °C		
solidos disueltos totales		Fecha y hora de recepción: 03/12/12		
solidos disueltos volátiles		Condiciones de recepción:		
solidos disueltos fijos				
solidos sedimentables				
Grasas y aceites				
Bacteriológico		Guillermo herrera Gabriel		
Detergentes				
Materia Orgánica		Nombre y firma del muestreador;		

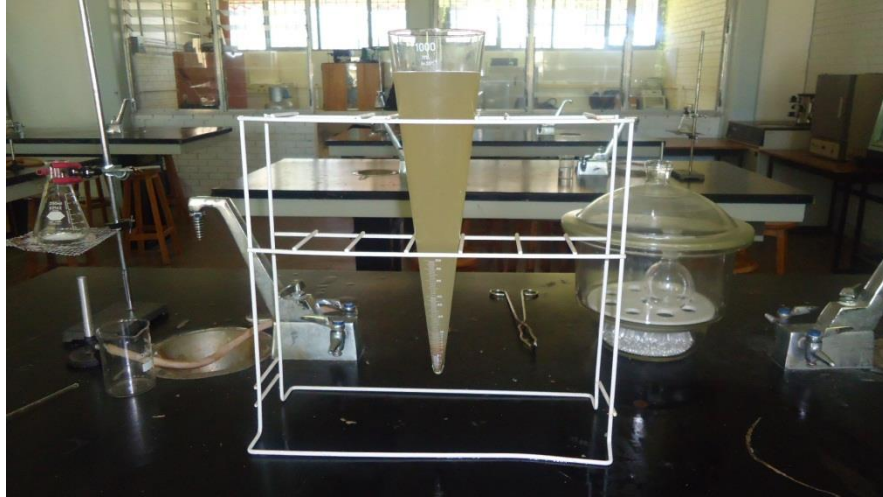
Fecha: 03/12/2012 hora del muestreo:12:59		Temperatura: 20 °C	Dirección del Viento: Este a oeste	
Localización del punto de muestreo: Profundidad 25 cm Caja de distribución		Condiciones meteorológicas Lluvia (), Soleado (x), Nublado ()		Núm. de muestra: 5
Volumen de muestra (ml): 1000 ml	Preservadores: (SI) (NO)	Color: Café-rojizo	Caudal: 166 l/s	Tipo de Recipiente: vidrio
Analitos a determinar:		Observaciones:		
Ph		Preservador. Ácido clorhídrico 1:1 5 ml ph menor a 2		
Conductividad				
acidez y alcalinidad				
Olor				
Materia flotante				
sólidos totales		Condiciones de transporte: hielera a 4 °C		
sólidos totales volátiles				
sólidos totales fijos				
solidos suspendidos totales		Fecha y hora de recepción: 03/12/12		
solidos suspendidos volátiles				
solidos suspendidos fijos		Condiciones de recepción:		
solidos disueltos totales				
solidos disueltos volátiles				
solidos disueltos fijos				
solidos sedimentables		Nombre y firma del muestreador; Guillermo herrera Gabriel		
Grasas y aceites	x			
Bacteriológico				
Detergentes				
Materia Orgánica				
Cloruros Totales				

IX.4.- RESULTADOS DE ANÁLISIS DE CONTAMINANTES.

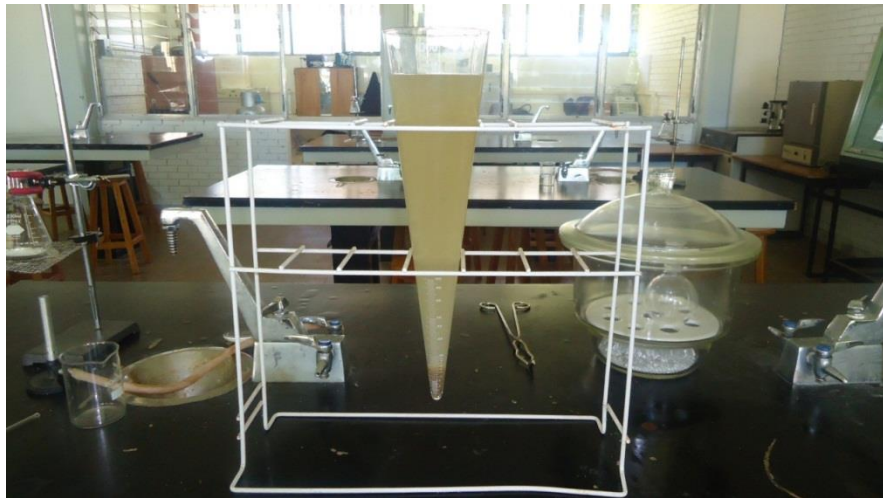
GRÁFICOS

PARÁMETRO	RESULTADOS
Ph	7.2
Temperatura	20 °C
Conductividad eléctrica	2.15 microsiemens/cm
Materia flotante	Presente
Sólidos totales disueltos	1.203 ppm
Sólidos en suspensión	215 ppm
Sólidos sedimentables	35 ml/l
Acidez y alcalinidad	Acido. ph 2.35
Aceites y grasas	75 gr/L

IX.5.- FOTOGRAFÍAS DE ANÁLISIS DE CONTAMINANTES.



Fotografía IX.1 determinación de sólidos sedimentables



Fotografía IX.2.- Sedimentación en 30 min



Fotografía IX.3.- preparación de embudo Schnauzer para determinación de grasas y aceites.



Fotografía IX.4.- destilación de grasas y aceites

X.- CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Debido a que este trabajo es parte del proceso para determinar la eficacia del tratamiento en el sistema de lagunas. Se puede concluir:

- Se logró obtener las concentraciones de los algunos contaminantes. del caudal de entrada a las lagunas de oxidación.
- El dimensionamiento de las lagunas de oxidación que en comparación con la bibliografía coinciden. Las mediciones de profundidad se debió determinar en distintos puntos de cada laguna para un mejor análisis.
- El crecimiento de herbaje que se presenta disminuye la eficiencia del proceso de la laguna anaerobia debido a que existe liberación de oxígeno, así como el decremento de microorganismos anaerobios por el desarrollo de algas, dejando puntos muertos donde el agua no circula.
- Las burbujas de aire presentadas en los gráficos es debido a la liberación de CH₄ y SO₂ producto de la descomposición de la Materia Orgánica del flujo que se filtra hacia el suelo.

Este proyecto se planteó en esta forma debido a las carencias que ya fueron señaladas y se sugiere al COAPAM la construcción de un laboratorio que permita realizar las pruebas químicas, físicas y bacteriológicas

Sin embargo se sugiere determinar la cantidad de Materia orgánica, las sustancias activas al azul de metileno, número más probable (nmp) de coliformes totales, coliformes fecales (termotolerantes) y Escherichia coli presuntiva, olor. Con la finalidad de observar si se alcanza obtener las características requeridas por la NOM-001-ECOL-1996..

Se recomienda implementar un protocolo de mantenimiento al sistema de la planta de tratamiento ya que debido a al exceso de lodos sedimentados en las lagunas de oxidación, no se realiza la total eficiencia del proceso a la que fue construida.

Es importante tomar en cuenta la necesidad de implementar un sistema de seguridad e higiene para el personal y lograr total eficacia del proceso.

XI.- FUENTES DE INFORMACIÓN

- 1.- R.S Ramalho, Tratamiento de aguas residuales;
Faculty of Science and Engineering, Leval university, Quebec Canada
Editorial Reverté S.A. 1986
2. - Metcalf y Eddy; Wastewater Engineering Treatment and Reuse II;
Fourth Edition Editorial McGraw Hill
- 3.- Evaluación y Monitoreo del Sistema de Lagunas de Estabilización del
Municipio de Santa Fe de Antioquia, Colombia
- 4.- ; Fabián Yanez Lagunas de Estabilización; Centro paramericano de
Ingeniera Sanitaria y Ciencias del Ambiente (CEPIS), Lima Perú
- 5.- Universidad de Santiago Compostela Facultad de Química. Practicas de
Química Analítica, Ing. Medina Ruiz
- 6.- Norma Oficial Mexicana NOM -001-ECOL-1996 que establece los límites
máximos permisibles de descargas de aguas residuales en aguas y bienes
nacionales

Anexos

Se presentan las sugerencias de determinaciones a realizar para un mejor análisis.

1. NMX-AA-083-SCFI-1982 Determinación De Olor.
2. NMX-AA-042-SCFI-1987 Determinación Del Numero Más Probable (nmp) De Coliformes Totales, Coliformes Fecales (Termo Tolerantes) Y Escherichia Coli Presuntiva.
3. NMX-AA-073-SCFI-2001 Determinación de Cloruros Totales.
4. Determinación de Materia Orgánica.

ANÁLISIS DE AGUA.- DETERMINACIÓN DE OLOR

NMX-AA-083-1982

MUESTREO

Colectar la muestra de acuerdo con lo indicado en la NMX-AA-014 "Cuerpos receptores.- Muestreo", tomando en cuenta la precaución establecida en el inciso 2.2.

Determinar el olor en muestras por separado y recientemente colectadas. El muestreo es muy importante. Las botellas de tapón esmerilado para el muestreo deberán llenarse por completo. Si la muestra se encuentra a una temperatura mayor de 313 K (40° C) enfriarla antes de hacer el análisis.

El almacenamiento del agua da lugar a errores por la modificación de las características y la intensidad del olor. Las reacciones químicas, físicas y biológicas son factores en esta degradación. Si el análisis no se puede realizar enseguida, refrigerar la muestra a 277 K (4° C) durante su almacenamiento. Esto no garantiza que no ocurran cambios en el olor, pero el efecto se minimiza en la mayoría de los casos. Guardar las muestras en frascos con tapón esmerilado para evitar la contaminación con los olores del refrigerador. Pre-enfriar la muestra en un baño de hielo y en una atmósfera libre de olores antes de su refrigeración.

Anotar la temperatura de las muestras en el momento de su recolección Este dato es útil cuando se relacionan los datos obtenidos en el laboratorio con las condiciones de campo.

CAMPO DE APLICACIÓN

El método es aplicable a aguas naturales y residuales para la determinación de intensidades de olor en términos de índice de intensidad de olor o número umbral de olor.

PRECAUCIÓN.- Para la aplicación de esta Norma, es muy importante especificar a los analistas el tipo de descarga y sus constituyentes para evitar la posible inhalación de sustancias tóxicas.

El olor del agua es una propiedad subjetiva con un efecto significativo en su cualidad. Este método intenta proporcionar un procedimiento reproducible para determinar intensidades de olor en aguas para propósitos comparativos o de control.

El método puede usarse en el control de la calidad de aguas naturales o tratadas, estableciendo la efectividad de los procedimientos de tratamiento, y para determinar fuentes de contaminación o fugas en procesos industriales.

Los resultados del método dependen de los analistas, ya que la sensibilidad individual al olor es muy variable y cambia de un día a otro, por lo que es muy importante la estandarización de las condiciones.

RECOMENDACIONES

El área destinada a la determinación debe estar libre de olores interferentes.

Un laboratorio ideal, debe tener un cuarto separado, equipado con filtros de

carbón activado para controlar el aire y condiciones ambientales de humedad y temperatura constantes.

Una humedad relativa del 50% es lo ideal. Una limpieza inodora es absolutamente necesaria. Todo el equipo usado en esta prueba debe estar perfectamente limpio y libre de olores y ser destinado para uso de la determinación de olor únicamente. Toda persona participante en esta determinación debe asearse cara y manos con jabones libres de olor y estar libre de olores de tabaco, cosméticos o cualquier otro olor interferente.

No se debe fumar, mascar tabaco o chicle o ingerir alimentos de fuerte olor o sabor 30 minutos antes de la determinación.

La condición física de los participantes es importante, el analista que efectúa la determinación debe estar libre de cualquier situación que afecte el sentido del olfato. Un uso prolongado del sentido del olfato, causa fatiga olfatoria. Repetidas inhalaciones del mismo olor tienen el mismo efecto, por lo que son necesarias para su recuperación, frecuentes períodos de descanso, de preferencia al aire fresco y libre de olores. Bajo circunstancias ordinarias, un analista no debe trabajar más de 15 minutos sin un descanso para evitar la fatiga olfatoria. Este es un tiempo promedio. Los olores muy fuertes pueden afectar la respuesta del olfato en pocos minutos mientras que aguas de buena calidad pueden ser analizadas por períodos más largos. Si el personal es limitado, los analistas pueden comprobar sus observaciones después de dejar pasar el suficiente tiempo para relajar el sentido del olfato.

No todas las personas son capaces de llevar a cabo este análisis. Los analistas deben ser rigurosamente seleccionados para obtener la mejor precisión posible, especialmente cuando son con fines de investigación. Si se ejerce el debido cuidado, la mayoría de las personas pueden ser aptas para trabajos de rutina. Es necesario un mínimo de dos personas; una para hacer la selección preliminar y preparar las diluciones y la otra u otras para hacer la determinación del olor. Las personas que hacen la determinación de olor no deberán conocer las diluciones y, en ningún caso, hará la determinación la persona que hizo las diluciones.. Las diluciones se analizarán de un ámbito de baja a alta concentración, pero no deberán ser presentadas en secuencia. Se recomienda introducir blancos o diluciones de baja concentración, dentro de los grupos de diluciones.

El color es comúnmente impartido por varios tipos de contaminantes en las aguas residuales. Este color es evidente bajo perceptibles niveles de olor. Un sistema de luz coloreada se puede usar para eliminar el color y seleccionar las diluciones para el análisis. Para esto, se emplea luz fotográfica con filtros intercambiables.

La turbiedad en algunos desechos es perceptible a niveles bajos de olor. El sistema de luz coloreada descrito en el inciso 6.4 puede no eliminarla. En tal caso, se recomienda pintar los matraces de tal modo que enmascare la turbiedad de la muestra.

Para un máximo control del olor en el laboratorio, éste debe dividirse en dos áreas, separando el área de preparación de muestras del área de detección

de olores. Esto permite el aislamiento del analista que hace las diluciones y un mejor control de los olores en el área de medición.

PRUEBA PRELIMINAR

La preparación de una serie de diluciones puede simplificarse mucho si se hace primero una aproximación de la intensidad de olor como sigue:

1.- Lavar perfectamente todo el material de vidrio con utensilios y detergentes libres de olor. Enjuagar con agua corriente y lavar con mezcla crómica. Enjuagar con agua reactiva y después con agua libre de olor. Para guardar el material, éste se debe llenar con agua libre de olor.

Comprobar que en todos los matraces no existe olor residual analizando con 200 cm³ de agua libre de olor a 313 K (40° C).

2.- Para determinar el orden de magnitud de la intensidad de olor, la dilución de prueba debe hacerse transfiriendo con pipeta 25 cm³ de muestra en un matraz de los ya especificados. Diluir hasta un volumen total de 200 cm³ con 175 cm³ de agua libre de olor a 313 K (40° C). Para esta dilución preliminar el agua debe ser agregada de una probeta. No permitir que la pipeta ni la solución tengan contacto con el cuello del matraz. Tapar y llevar a calentamiento a 313 K (40° C) en un baño de agua. Evitar el calentamiento directo o prolongado.

3.- Mezclar vigorosamente rotando el matraz tres o cuatro veces, quitar la tapa y colocar la nariz en la punta del matraz. Probar el olor usando una inhalación normal.

Comparar con un matraz conteniendo agua libre de olor. Notar si se detecta algún olor.

Si no se detecta ninguno, preparar una dilución más baja sucesivamente, en matraces limpios hasta que se perciba algún olor. Por lo general es conveniente hacer una serie de diluciones en un principio. El análisis de olor, sin embargo, debe hacerse de una dilución alta a diluciones bajas.

4.- Si el olor es detectado en la dilución inicial, diluir cuando menos 12.5 cm³ de la muestra original, para el volumen dado y registrar esta primera dilución. Hacer diluciones menores subsecuentes y anotar la alícuota a la cual el olor es menos perceptible. Calcular el orden estimado de magnitud de intensidad de olor de acuerdo con el inciso

PROCEDIMIENTO

1.- La selección de las diluciones para la determinación de olor depende del orden de magnitud de intensidad de olor determinado de acuerdo a la prueba preliminar. La persona que determina la intensidad de olor en la prueba preliminar, deberá hacer las diluciones para el otro analista o analistas que harán la determinación, pero en ningún caso la hará la misma persona. La dilución primaria deberá contener un mínimo de 12.5 cm³ de muestra. Si son necesarias diluciones mayores agregar agua libre de olor a la dilución primaria. Usar estas subsecuentes diluciones en la evaluación.

2.- Las diluciones deberán hacerse en tres matraces limpios, libres de olor agregando aproximadamente la mitad de la cantidad estimada de muestra (prueba preliminar) a uno de los matraces. Diluir el contenido de cada matraz

a un volumen total de 200 cm³ con agua libre de olor. Lavar cada matraz y ajustar la temperatura a 313 K (40° C) en el baño de agua. Agitar vigorosamente los matraces tapados y presentarlos para el análisis de olor. En la presentación de los matraces para la prueba, el matraz que contiene la muestra deberá colocarse al azar. Agitar vigorosamente pero teniendo cuidado de no derramar el contenido. El fondo plano del matraz ayudará, tapando el matraz o colocando un dedo en la cubierta que sé este empleado. Esto imparte un olor cerca de la boca del matraz antes de la prueba. La agitación disminuye la sustancia olorosa en el vapor del espacio uniformemente. El analista debe quitar la tapa y colocar la nariz en la punta del matraz percibiendo el olor con una inhalación normal. Si no se percibe ningún olor, se deberá disminuir la dilución (incrementando la concentración) hasta que se encuentre una concentración a la cual el olor sea perceptible, usando el mismo procedimiento. Anotar la dilución a que se obtuvieron los resultados. Se dan las muestras para el análisis, generalmente incrementando las concentraciones pero no en una secuencia de altas concentraciones. Introducir blancos, todos conteniendo agua libre de olor o algunas diluciones de concentraciones muy bajas durante el análisis para eliminar conjeturas o anticipaciones del nivel umbral de olor.

3.- Si se tiene alguna percepción de olor, vaciar los matraces con las diluciones y preparar dos blancos con agua libre de olor y una dilución a 200 cm³ conteniendo la mitad de muestra de la dilución donde se percibió el olor y repetir el procedimiento a partir del inciso 11.2, hasta que el analista

detecte nuevamente el olor. En este punto las diluciones deberán hacerse a concentraciones mayores hasta encontrar una dilución con un olor perceptible mínimo. El analista deberá confirmar entonces su primer resultado.

CÁLCULOS

1.- Calcular la intensidad de olor como índice de intensidad de olor con la fórmula siguiente:

$$\text{Índice de intensidad de olor} = 3.3 \log \left(\frac{200}{A} \right) + 3 D$$

Dónde:

A = Mililitros de muestra o mililitros de alícuota de la dilución primaria empleadas.

D = Número de 25 \pm 175 de la dilución primaria requeridos para alcanzar a determinar la magnitud de intensidad de olor.

2.- La intensidad de olor puede ser calculada como número umbral de olor si se desea por el procedimiento descrito en el anexo 2.

INFORME

1.- Anotar la dilución mayor a la cual es apenas perceptible el olor y calcular el índice de intensidad de olor (la tabla I muestra las relaciones entre el índice de intensidad de olor y la dilución de la muestra). Informar el promedio y el ámbito del índice de intensidad de olor obtenido, por dos o más analistas.

2.- Incluir también en el informe el lapso entre el muestreo y el análisis si este excede de 30 minutos.

PRECISIÓN Y EXACTITUD

No existe un valor absoluto del umbral de olor. Este valor de umbral de olor refleja la opinión del analista en el momento del análisis.

Los valores por duplicado del índice de intensidad de olor obtenidos por un analista con un odorante a un tiempo dado, han mostrado concordar dentro de un número índice aproximado. El valor puede variar de un analista a otro con el tiempo de un día a otro día.

Existen interacciones de persona a persona y persona - reactivos.

Los resultados serán diferentes de acuerdo al tamaño y elección del equipo de analistas y estímulos químicos, aun conservando las condiciones establecidas en el procedimiento de esta Norma. Los siguientes datos muestran el orden de variabilidad.

APÉNDICE

A.1 SUGERENCIAS PARA LA CLASIFICACIÓN DE OLORES

A.1.1 Los tipos de olores presentes en los residuos, varían ampliamente.

La tabla 1 auxiliará como una guía en la clasificación de los tipos de olor.

Generalmente, el olor de la muestra inicial diferirá de los olores determinados a varias diluciones. Si se presenta esta fraccionación de olores, informar el primer olor característico, así como el intermedio y el final. Anotar las correspondientes diluciones, así como los grados de dulce, picante, fumoso y

podrido del olor en la dilución escogida. Si la característica ha sido clasificada como de alta intensidad, ésta deberá ser "100", se media intensidad su calificación será "50" y siendo de baja intensidad se NMX-AA-83-1982 calificará como "0". Pueden emplearse ámbitos intermedios, pero esto no es muy recomendable.

A.1.2 El tipo de olor puede ser establecido por comparación con los niveles de percepción de los olores característicos mostrados en la Tabla A.2, tal que si un olor es calificado como 100 en dulce, 50 en picante, 0 en fumoso y 50 en podrido, el olor deberá ser descrito como un éster o un alcohol. Refiriéndose a los tipos químicos que producen estos olores podemos guiarnos para determinar si el olor deberá ser reportado como éster o un alcohol.

A.2 NUMERO UMBRAL DE OLOR

A.2.1 La intensidad de olor frecuentemente se informa como número umbral de olor el cual se calcula como sigue:

$$\text{Número umbral de olor} = \frac{(200)}{A} \times 8D$$

A.2.2 Las relaciones entre las diluciones se presentan en la tabla 1. Cuando se presenten valores de umbral de olor, dar los valores obtenidos por dos o más analistas. Los números de umbral de olor no deben promediarse.

A.2.3 Muchas personas encuentran difícil obtener un valor representativo para olores fuertes. Por lo que se recomienda emplear el índice de intensidad de olor, en lugar del umbral de olor.

A.3 FORMAS SUGERIDAS PARA INFORMAR LA INTENSIDAD DE OLOR

A.3.1 La tabla A.3, ilustra la secuencia de las diluciones de una muestra y el método de anotar los resultados para la determinación de umbral de olor por tres analistas. Al primer analista se le dieron diluciones de la muestra correspondiente a valores de índice de intensidad de olor de 10, 9, 8, y 7 en ese orden. El analista no identificó las primeras tres diluciones, pero sí la última. Los resultados fueron anotados verticalmente hacia arriba en la primera columna como -, -, - y +. Entonces se presentaron la dilución 9, un grupo de blancos y diluciones 8 y 7 en ese orden. Únicamente la dilución 7 fue identificada. Los resultados fueron anotados como -, B, -, y + en la segunda columna vertical en orden ascendente. Se continuaron las pruebas hasta que se hicieron 4 identificaciones positivas a la dilución 7. El resultado final de (7), (8) y (7) respectivamente se anotó en la columna para cada uno de los tres analistas. Este modelo de informe se presenta únicamente como una guía y puede ser modificado.

A.4 NIVELES DE UMBRAL DE OLOR

A.4.1 Los niveles de umbral de olor para 32 compuestos químicos orgánicos, son presentados en la tabla A.2. Para algunos de estos compuestos los resultados fueron calculados de los datos de solubilidad. Donde los datos de solubilidad no estuvieron disponibles, los resultados se basaron en una solución acuosa saturada como muestra inicial. Para todos los otros compuestos el valor del umbral se basó en la sustancia pura.

A.4.2 Los datos de umbral de olor obtenidos con sustancias puras son siempre datos útiles. Estas sustancias en mezclas pueden producir olores mayores o menores que los esperados del elemento principal y el efecto notado en mezclas, ya sea sinérgicas o antagónicas puede ser muy marcado dependiendo de los compuestos incluidos en ellas.

TABLA 1.- DILUCION DE MUESTRA E INFORME DE RESULTADOS.

	Volumen Trans- ferido al matraz de prueba (Olor)*	Número Um- bral de olor (Factor de dilución).	Indice de In- tensidad de olor.
Muestra original	200	1	0
	100	2	1
	50	4	2
	25	8	3
	12.5	16	4
Dilución A (25 cm ³ de mues- tra original diluida a 200 cm ³)	50	32	5
	25	64	6
	12.5	128	7
Dilución B (25 cm ³ de dilu- ción A, diluida a 200 cm ³)	50	256	8
	25	512	9
	12.5	1024	10
Dilución C (25 cm ³ de dilu- ción B, diluida a 200 cm ³)	50	2050	11
	25	4100	12
	12.5	8200	13
Dilución D (25 cm ³ de dilu- ción C, diluida a 200 cm ³)	50	16400	14
	25	32800	15
	12.5	65500	16
Dilución E (25 cm ³ de dilu- ción D, diluida a 200 cm ³)	50	131000	17
	25	262000	18
	12.5	524000	19
	6.25	1050000	20

* Volumen en el matraz de prueba (olor) conteniendo 200 cm³ de agua libre de olor.

TABLA A.1 CLASIFICACION DE OLORES PARA COMPUESTOS QUIMICOS

CARACTERISTICAS DE OLOR				CLASE DE OLOR	COMPUESTOS QUIMICOS.	EJEMPLOS
DULCE	PICANTE	FUMOSO	PODRIDO			
100	50	0 a 50	50	Ester	Esteres, Eteres, Bajas cetonas.	Laca, disolventes, la mayor parte de las frutas y muchas flores.
100	50 a 100	0 a 100	50	Alcohol	Fenoles y cresoles, Alcoholes e Hidrocarburos.	Creosota, alquitrán, humos, alcohol, licor, rosas, flores aromáticas, hierbas y especias.
50	50	0 a 50	50	Carbonilo	Aldehidos, Altas cetonas.	Grasa rancia, mantequilla, huesos de frutas y nueces, violetas, césped, pastos y vegetales.
50	100	0 a 50	50	Acido	Anhidridos ácidos, Acidos orgánicos, Bióxido de Azufre.	Vinagre, sudor, aceites rancios, resinas, desperdicios.
100	50 a 100	50 a 100	0 a 100	Haluros	Quinonas, Oxidos y ozono, Haluros, Compuestos de nitrógeno.	Insecticidas, maleza, olor a moho y humus, cáscaras, olores medicinales, tierra, pantano.

TABLA A.1 CLASIFICACION DE OLORES PARA COMPUESTOS QUIMICOS
(Continuación).

CARACTERISTICAS DE OLOR				CLASE DE OLOR	COMPUESTOS QUIMICOS	EJEMPLOS
DULCE	PICANTE	FUMOSO	PODRIDO			
50	50	100	100	Azufre	Compuesto de selenio, Arseniacales, Mercaptanos, Sulfuros.	Zorrillos, osos, zorros, pescado y carne, col, cebolla, alcantarillado.
100	50	50	100	Insaturado	Derivados de acetileno, Butadieno, Isopreno.	Pinturas, chinneres, barnices, keroseno, trementina, aceites esenciales, pepino.
100	50	0 a 50	100	Base	Monómeros de vinilo, Aminas, Alcaloides, Amonfacó.	Olores fecales, estiércol, pescados y mariscos, ciertas flores tales como: lirios, jazmín y mandreiselva.

* El grado característico de olor percibido se designa como sigue:
 100 Indica niveles altos de percepción.
 50 Indica nivel medio de percepción, y

0 Indica un nivel bajo de percepción.

TABLA A.2 CONCENTRACIONES DE UMBRAL DE OLOR PARA VARIOS COMPUESTOS QUIMICOS.¹

COMPUESTOS QUIMICOS.	NUMERO DE ANALISTAS	NUMERO DE OBSERVACIONES.	NIVEL UMBRAL DE OLOR ² , en ppm	
			PROMEDIO	AMBITO
Acido acético.	9	9	24.3	5.07 a 81.2
Acetona.	12	17	40.9	1.29 a 330
Acetofenona.	17	154	0.17	0.0039 a 200
Acilonitrilo.	16	104	18.6	0.0031 a 50.4
Cloruro de alilo ³ .	10	10	14700	3660 a 29300
n - Acetato de amilo.	18	139	0.08	0.0017 a 0.16
Anilina ³ .	8	8	70.1	2.0 a 128
Benceno ⁴ .	13	18	31.3	0.84 a 53.6
n - Butanol.	32	167	2.5	0.012 a 25.3
p - Clorofenol.	16	24	1.24	0.02 a 20.4
o - Cresol.	13	21	0.65	0.016 a 4.1
m - Cresol.	29	147	0.68	0.016 a 4.0
Eter dicloroisopropilico.	8	8	0.32	0.017 a 1.1
2 - 4 Diclorofenol.	10	94	0.21	0.02 a 1.35
Dimetilamina.	12	29	23.2	0.01 a 42.5
Etilacrilato.	9	9	0.0067	0.0018 a 0.014
Formaldehído.	10	11	49.9	0.8 a 102

TABLA A.2 CONCENTRACIONES DE UMBRAL DE OLOR PARA VARIOS COMPUESTOS QUIMICOS¹ (Continuación).

COMPUESTOS	NUMERO DE ANALISTAS	NUMERO DE OBSERVACIONES.	NIVEL UMBRAL DE OLOR ² , en ppm	
			PROMEDIO	AMBITO
2 Mercaptoetanol.	9	9	0.64	0.07 a 1.1
Mesitileno. ⁴	13	19	0.027	0.00024 a 0.063
Metilamina.	10	10	3.33	0.65 a 523
Metil etil piridina.	16	20	0.05	0.0017 a 0.225
Metil vinil piridina.	8	8	0.04	0.015 a 0.12
B - naftol. ⁴	14	20	1.29	0.01 a 11.4
Alcohol octílico. ⁴	10	10	0.13	0.0087 a 0.56
Fenol.	12	20	5.9	0.016 a 16.7
Piridina.	13	130	0.82	0.007 a 7.7
Quinolefina.	11	17	0.71	0.016 a 4.3
Estireno. ⁴	16	23	0.73	0.02 a 2.6
Tiofenol. ³	10	10	13.5	2.05 a 32.8
Trimetilamina.	10	10	1.7	0.04 a 5.17
Xileno. ⁴	16	21	2.21	0.26 a 4.13
n - Butil mercaptano.	8	94	0.006	0.001 a 0.06

1. - Impreso con autorización de la revista de la AWWA, Volumen 55, Julio de 1963, página 916.

2. - Valores de umbral de olor en base a sustancias puras.

3. - Umbral de soluciones acuosas saturadas. No es necesario el dato de solubilidad.

4. - Partiendo de diluciones con soluciones acuosas saturadas a temperatura ambiente; dato de solubilidad obtenido de la literatura y correcciones para sustancias puras.

**DETERMINACIÓN DEL NUMERO MAS PROBABLE (NMP) DE
COLIFORMES TOTALES, COLIFORMES FECALES
(TERMOTOLERANTES) Y ESCHERICHIA COLI PRESUNTIVA. NMX-AA-
42-1987**

MUESTREO EN CUERPOS RECEPTORES

Siempre que sea posible, llenar el frasco a 2/3 partes de su capacidad; una cantidad menor sería insuficiente, si fuera mayor, disminuiría el espacio de aire disponible, necesario para homogeneizar la muestra. Las muestras deben ser representativas del agua en el estudio y asimismo no deben contaminarse en forma alguna.

El frasco donde se colecta la muestra no se debe destapar sino hasta el momento en el que se efectúe el muestreo.

Al muestrear, se debe evitar que el cuello del frasco se ponga en contacto con los dedos o cualquier otro material contaminante.

El examen de la muestra colectada debe realizarse lo más pronto posible, para evitar proliferación o muerte de las bacterias.

Cuando el examen se practica dos horas después de tomar la muestra, los resultados empiezan a ser inciertos.

El volumen de muestra suficiente para efectuar el análisis bacteriológico, de preferencia debe ser de aproximadamente 100cm³. Es importante que todas las muestras estén acompañadas de datos completos y exactos de identificación y descripción.

El mecanismo de muestreo superficial es el siguiente:

Quitar el papel aluminio del cuello del frasco; Introducir el frasco aproximadamente

30 cm³ bajo la superficie del agua.

Destapar el frasco dentro del agua. La boca del envase debe quedar en sentido contrario al flujo de la corriente. Si no existe corriente, como en los embalses, crearla empujando el frasco horizontalmente, en dirección opuesta al movimiento de la mano.

Una vez que la muestra ocupe el volumen correspondiente del frasco (2/3 partes); tapar sin sacarlo del agua teniendo cuidado de que el papel aluminio vuelva a cubrir el cuello de la botella.

Si no es posible la recolección de muestras en las condiciones antes anunciadas; fijar un lastre al frasco, al que se hace descender en el agua.

Para tomar muestras profundas en lagos o embalses; usar aparatos especiales que permitan destapar y tapar mecánicamente el frasco debajo de la superficie.

Muestreo en pozos y grifos.

Si el pozo está provisto de bomba de mano, bombear durante 5 min. , Para que el agua fluya libremente, antes de tomar la muestra.

Si el pozo está dotado de bomba mecánica, tomar la muestra en una llave previamente flameada de la descarga, dejando que fluya el agua libremente 5min antes de tomar la muestra.

A efectuar este muestreo, se deben flamear los bordes del frasco y tapón durante el tiempo que dura el muestreo. Esto se hace con objeto de mantener el máximo las condiciones de asepsia.

Si no se cuenta con equipo de bombeo, tomar la muestra directamente del pozo por medio de un frasco estéril con lastre. En este caso se debe evitar la contaminación de la muestra por las notas superficiales.

Si se trata de tomar una muestra de un grifo del sistema de servicio, flamear el grifo y abrirlo completamente, dejando que el agua fluya por 2 ó 3 min. , O el tiempo suficiente para permitir la purga de la línea.

En el momento del muestreo, restringir el flujo de la llave para que se pueda llenar el frasco sin salpicaduras.

Las condiciones de asepsia deben ser las mismas que las enunciadas.

PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO

El análisis bacteriológico de la muestra debe practicarse inmediatamente después de su recolección. Es por ello que se recomienda que de no efectuarse así el análisis, se inicie dentro de las dos horas próximas a la recolección de la muestra y en ningún caso, este lapso debe exceder de 24 horas para agua potable y de 6 horas para otros tipos de agua para que sea válido el resultado del análisis. Durante el período que transcurra del muestreo al análisis, se debe conservar la muestra a 277K (4°C), con objeto de inhibir la actividad bacteriana para no obtener resultados falsos o dudosos.

PRINCIPIO

El método se basa en la inoculación de alícuotas de la muestra, diluida o sin diluir, en una serie de tubos de un medio de cultivo líquido conteniendo lactosa.

Los tubos se examinan a las 24 y 48 horas de incubación ya sea a 308 o 310k (35 o 37°C).

Cada uno de los que muestran turbidez con producción de gas se resiembró en un medio confirmativo más selectivo y, cuando se busca E. coli presuntiva, en un medio en el que se pueda demostrar la producción de indel.

Se lleva a cabo la incubación de estos medios confirmativos hasta por 48 horas ya sea 308 ó 310k (35 o 37°C) para la detección de organismos coliformes y a 317k (44°C) para organismos termotolerantes y E. coli.

Mediante tablas estadísticas se lleva a cabo el cálculo del número más probable (NMP) de organismos coliformes, organismos coliformes termotolerantes y E. coli que pueda estar presente en 100 cm³ de muestra, a partir de los números de los tubos que dan resultados confirmativos positivos.

APARATOS Y EQUIPO

Aparte de los equipos que se suministran estériles, el material de vidrio y el resto del equipo deben esterilizarse.

Incubadora capaz de mantener una temperatura de $308 \pm 1k$ ($35 + 1^\circ\text{C}$) ó $310 \pm 1k$

($37 \pm 1^{\circ}\text{C}$) y $317 \pm 0.5\text{k}$ ($44 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$).

Estufa capaz de mantener una temperatura de 453 a 473k (180 a 200°C).

Autoclave u olla de presión o con manómetro.

Potenciómetro.

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Pipetas serológicas.

Pipeteros de aluminio o acero inoxidable; se pueden sustituir con papel aluminio o papel Kraft.

Tubos de ensaye de cristal refractario de 15mm x 150 mm con tapón de baquelita, aluminio o algodón.

Frascos muestreadores, de vidrio resistente o cristal refractario de 125 cm³, con tapón de cristal esmerilado.

Tubos de fermentación (Durham).

Asas de inoculación.

Material común de laboratorio.

REACTIVOS.

Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua se debe entender agua destilada invitro o agua desionizada libre de sustancias que pueden inhibir el crecimiento bacteriano en las condiciones de prueba.

Para la preparación de los reactivos, las condiciones de esterilización deben ser 349k (121°C) y 0.098066 Mpa (1 kg/cm²) de presión manométrica

durante 15 minutos. Los tubos de fermentación (Durham) no deben contener burbujas de aire después de la esterilización.

En caso de utilizar medios deshidratados, seguir las recomendaciones del fabricante para su preparación. Utilizar uno de los siguientes medios de cultivo:

- Caldo lauril triptosa (CLT).

Medio de doble concentración:

Triptosa 40.0g

Lactosa 10.0g

Cloruro de sodio (NaCl) 10.0g

Fosfato monobásico de potasio (KH₂PO₄) 5.5g

Fosfato dibásico de potasio (K₂HPO₄) 5.5g

Lauril sulfato de sodio 0.2g

Agua para llevar a 1000cm³

Añadir la triptosa y el cloruro de sodio al agua, calentar para disolver y añadir el lauril sulfato de sodio. Disolver el resto de los componentes por separado y agregarlos a los anteriores mezclando suavemente para evitar la formación de espuma. Ajustar a pH 6.8.

Preparar medio de simple concentración diluyendo el medio de doble concentración con un volumen igual de agua.

Distribuir el medio de simple concentración en volúmenes de 53cm³ y el medio de doble concentración en volúmenes de 10 y 50 cm³

Cada tubo o matraz deben contener un tubo de fermentación invertido (Durham). Colocar en autoclave a 388k (115°C) durante 10 min.

- Caldo Mc Conkey. Medio doble de concentración:

Sales biliares 10.0g

Peptona 40.0g

Lactosa 20.0g

Cloruro de sodio (NaCl) 10.0g

Púrpura de bromocresol (1% v/v en solución Etanolica) 2 cm³

Agua para llevar a 1000 cm³

Disolver, calentando, la peptona, el cloruro de sodio y las sales biliares en agua y almacenarlo a 277k (4°C) durante toda la noche. Filtrar mientras esta aun frío añadir la lactosa y disolver. Ajustar a pH 7.4 y añadir la púrpura de bromocresol.

Preparar el medio de simple concentración disolviendo el de doble concentración con un volumen igual de agua o prepararlo usando la mitad de concentración de los ingredientes.

Distribuir el medio de simple concentración en volúmenes de 5 cm³ y la doble concentración en volúmenes de 10 y 50 cm³ en tubos o matraces conteniendo un tubo de fermentación invertido (Durham).

Colocar en autoclave a 388k (115°C) durante 10 min.

- Caldo lactosa.

Medio de doble concentración:

Peptona 10.0g

Lactosa 10.0g

Extracto de carne 6.0g

Agua para llevar a 1000 cm³

Disolver los componentes en agua hirviendo. Si es necesario ajustar el pH de modo que al terminar la esterilización sea de 6.7. Preparar el medio de simple concentración diluyendo el medio de doble concentración con un volumen igual de agua.

Distribuir el medio de simple concentración en volúmenes de 5cm³ y la doble concentración en volúmenes de 10 y 50 cm³, Cada tubo o matraz debe contener un tubo de fermentación invertido (Durham). Esterilizar en autoclave a $394 \pm 1k$ ($121 \pm 1^{\circ}C$) durante 15 min.

Estos tres medios son de uso común en numerosos países la selectividad del Mc Conkey y del CLT depende respectivamente de la presencia de sales biliares y del agente de superficie activo, el laurilsulfato. El caldo lactosa no es un medio selectivo.

Utilizar uno o más de los siguientes medios confirmativos:

a) Medios para la producción de gas:

Caldo bilis lactosa verde brillante:

Peptona 10.0g

Lactosa 10.0g

Bilis de buey (deshidratada) 20.0g

Verde brillante (1% m/m en solución acuosa) 13cm³

Agua para llevar a 1000cm³

Disolver la peptona en 500 cm³ de agua. Añadir los 20g de bilis de buey deshidratada disueltos en 200cm³ de agua; La solución debe tener un pH entre 7.0 y 7.5 Disolver con agua hasta un volumen aproximado de 975 cm³.

Añadir la lactosa y ajustar el pH a 7.4.

Añadir la solución verde brillante y aforar a 1000 cm³ con agua.

Distribuir volúmenes de 5cm³ en tubos de ensaye conteniendo tubos de fermentación invertidos (Durham) y colocar en autoclave a 388k (115°C) durante 10 min.

Nota 1. - Este medio no da resultados reproducibles en todos los casos y se recomienda comprobar sus propiedades inhibitorias antes de usarlo.

Medio EC:

Triptosa o tripticasa 20.0g

Lactosa 5.0g

Mezcla de sales biliares 1.5g

Fosfato dibásico de potasio (K₂HPO₄) 4.0g

Fosfato monobásico de potasio (KH₂PO₄) 1.5g

Cloruro de sodio (NaCl) 5.0g

Agua para llevar a 1000cm³

Disolver los componentes por separado y agregarles agitando suavemente.

El pH debe ser de 6.9 después de la esterilización. Antes de esterilizar,

distribuir en tubos de fermentación con suficiente medio para que el tubo invertido quede cubierto cuando menos parcialmente

Después de la esterilización.

Como medio confirmativo para coliformes totales, el más generalizado es el caldo de bilis lactosa verde brillante (BLVB). Para confirmar la presencia de coliformes fecales se utilizan tanto el BLVB como el caldo EC.

c) Medio para la producción de indol:

Agua de triptona:

Triptona 20.0g

Cloruro de sodio (NaCl) 5.0g

Agua para llevar a 1000cm³

Disolver los componentes en agua y ajustar a pH. 7.5 distribuir en volúmenes de 5cm³ y colocar en autoclave a 308K (115°C) durante 10 min.

NOTA 2. - La adición de 0.1% (m/m) de L ó DL- triptófano puede mejorar el funcionamiento del medio.

d) Reactivo de Kovacs para indol:

1,4 dimetilaminobenzaldehído

(C₆H₄[H(CH₃)₂]CHO) 5.0g

Alcohol amílico (CH₃(CH₂)₄CH) libre de bases orgánicas 75cm³

Ácido clorhídrico concentrado(HCL) 85cm³

Disolver el aldehído en el alcohol. Añadir el ácido concentrado con cuidado.

Proteger de la luz y almacenar a 277K (4°C).

NOTA 3. - El reactivo debe tener la coloración entre amarillo claro; algunas muestras de alcohol amilico son insatisfactorias y dan una coloración oscura con el aldehido.

e) Reactivo de oxidasa para la prueba de oxidasa:

Clorhidrato de tetrametil-p-fenilendiamina 0.1g 10cm³

Este reactivo no es estable y debe prepararse para usarse en pequeñas cantidades cada vez que sea necesario.

Diluyentes:

Diluyente de peptona (0.1%)

Peptona

Agua para llevar a Disolver la peptona en aproximadamente 950cm³ de agua. Ajustar el pH con solución de hidróxido de sodio 1mol/L ó ácido clorhídrico 1 mol/L de modo que después de la esterilización sea de 7.0±0.1. Llevar a 1000cm³ con agua, distribuir en volúmenes convenientes y esterilizar en autoclave a 394± 1K (121±1°C)

f) Solución salina de peptona:

Peptona 1.0g

Cloruro de sodio (NaCL) 8.5g

Agua para llevar a 1000 cm³

Disolver los componentes hirviéndolos en aproximadamente 950cm³ de agua. Ajustar el pH con solución de hidróxido de sodio 1mol/L o ácido clorhídrico 1 mol/L de modo que después de la esterilización sea de 7.0±0.1.

Llevar a 1000cm³ con agua, distribuir en volúmenes convenientes y esterilizar en autoclave a 394±1K (121±1°C) durante 15 min.

g) Solución de Ringer:

Cloruro de sodio (NaCL) 2.25g

Cloruro de potasio (KCL) 0.105g

Cloruro de calcio anhidro (CaCl₂) 0.12g

Bicarbonato de sodio (NaHCO₃) 0.05g

Agua para llevar a 1000 cm³

Disolver los componentes y dividirlos en volúmenes convenientes.

Esterilizar en autoclave a 394K (181°C) durante 15min.

h) Solución amortiguadora de fosfato:

Fosfato monobásico de potasio (KH₂PO₄) 42.5mg

Cloruro de magnesio (MgCL₂) 190.0mg

Agua para llevar a 1000 cm³

Solución de fosfato.

Disolver 34g de fosfato en 500cm³ de agua. Ajustar a PH 7.2±0.5 con solución de hidróxido de sodio 1mol/L y aforar a 1000 cm³ con agua.

Solución de cloruro de magnesio.

Disolver 38g de cloruro de magnesio en 1000cm³ de agua.

Para usarla, añadir 1.25 cm³ de solución de fosfato (6.5.4.1) y 5.0 cm³ de solución de cloruro de magnesio (6.5.4.2) a 1000 cm³ de agua. Distribuir en volúmenes convenientes y esterilizar en autoclave a 394±1K (121±1°C) durante 15 min.

DETERMINACIÓN DE CLORUROS TOTALES

NMX-AA-073-SCFI-2001

RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Se deben tomar las muestras en envases limpios de polietileno o de vidrio.

Pueden utilizarse muestras compuestas o simples. Tomar un volumen de 500 ml.

Se debe preservar la muestra a 4°C hasta su análisis.

El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de una semana.

EQUIPO Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para este método.

Equipo

- 1.- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
- 2.- Potenciómetro para medición de pH

Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado, o en su caso debe estar calibrado.

- 1.- Frascos para muestreo de polietileno, polipropileno o vidrio de boca ancha de 500 mL de capacidad.
- 2.- Bureta con certificado o en su caso debe estar calibrada

REACTIVOS Y PATRONES

1.- Nitrato de plata (AgNO_3)

2.- Cloruro de sodio (NaCl)

3.- Cromato de potasio (K_2CrO_4)

4.- Hidróxido de sodio (NaOH)

5.- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

6.- Sulfato de aluminio y potasio dodecahidratado [$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]

7.- Amoníaco concentrado (NH_3)

8.- Disolución indicadora de cromato de potasio.

Pesar aproximadamente y con precisión 50,0 g de cromato de potasio (ver inciso 5.3) y disolver en 500 mL de agua y añadir disolución patrón de nitrato de plata (ver inciso 5.9) hasta que se produzca un precipitado rojo claro. Proteger la disolución de la luz y dejar estabilizar durante 24 h después de la adición de la disolución de nitrato de plata. Filtrar la disolución para remover el precipitado y aforar a 1 L con agua.

9.- Disolución estándar de nitrato de plata (0,014N).

Moler aproximadamente 5,0 g de cristales de nitrato de plata (ver inciso 5.1) y secar a 100°C durante 2 h. Pesar aproximadamente y con precisión 2,4 g de los cristales pulverizados de nitrato de plata (ver inciso 5.1) disolverlos en aproximadamente 1 L. Valorar contra la disolución patrón de cloruro de sodio 0,014N (ver inciso 5.10).

10.- Disolución patrón de cloruro de sodio (0,014N).

Secar aproximadamente 3,0 g de cloruro de sodio (ver inciso 5.2) a 140°C. Pesar aproximadamente y con precisión 824,1 mg de la sal seca disolver en agua y aforar a 1 L en un matraz volumétrico. Se acepta el uso de patrón certificado.

11.- Disolución de hidróxido de sodio (0,1N).

Pesar aproximadamente y con precisión 4,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 5.4) disolver en 1 L de agua.

12.- Disolución de ácido sulfúrico (0,1N).

Tomar cuidadosamente 3 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 5.5) y llevar a 1 L.

13.- Suspensión de hidróxido de aluminio.

Pesar aproximadamente y con precisión 125,0 g de sulfato de aluminio y potasio (ver inciso 5.6) o sulfato de aluminio y amonio, y llevar a 1 L con agua. Calentar a 60°C y añadir 55 mL de amoníaco (ver inciso 5.7) lentamente y agitando. Permitir reposar la disolución durante unas horas, decantar el agua sobrenadante y lavar el precipitado por adiciones sucesivas de agua, mezclando bien y decantando. Repetir el procedimiento anterior hasta eliminar el olor a amoníaco. Cuando está recién preparada, la suspensión ocupa un volumen aproximado de 1 L.

PROCEDIMIENTO

1.- Acondicionamiento de la muestra

1.1.- Utilizar un volumen de muestra de 100 mL. Ajustar el pH entre 7 y 10 utilizando las disoluciones de hidróxido de sodio (0,1N) (ver inciso 5.11) y/o ácido sulfúrico (0,1N) (ver inciso 5.12).

1.2.- Si la muestra tiene mucho color, añadir de 3 mL a 5 mL de la suspensión de hidróxido de aluminio (ver inciso 5.13) antes de acondicionar. Mezclar, dejar sedimentar y filtrar con papel filtro cualitativo.

2.- Valoración

2.1.- A 100 mL de muestra acondicionada, adicionar 1 mL de disolución indicadora de cromato de potasio (ver inciso 5.8). Valorar con la disolución patrón de nitrato de plata (ver inciso 5.9) hasta el vire de amarillo a naranja rojizo, manteniendo un criterio constante en el punto final.

2.2.- Titular un blanco con las muestras.

CÁLCULOS

Calcular la concentración de iones Cloruro en la muestra original, en mg/L como sigue:

$$\text{Cl}^- \text{ mg /L} = [(A - B) \times N \times 35,450] / \text{mL de muestra}$$

Dónde:

A son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración de la muestra;

B son los mL de disolución de nitrato de plata gastados en la valoración del blanco,

N es la normalidad del nitrato de plata.

Todos los valores obtenidos de control de calidad deben ser reportados junto con los resultados del análisis.

Reportar los resultados en Cl mg/L, con la precisión correspondiente.

DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA MÉTODO DE OXIBILIDAD AL PERMANGANATO

TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Es preferible efectuar las tomas de muestras en recipientes de vidrio, pues los frascos de materia plástica pueden ocasionar la presencia de contaminantes orgánicos. Es aconsejable practicar la prueba rápidamente después de tomar la muestra, sin embargo se puede conservar un cierto tiempo si se ha acidificado convenientemente con H_2SO_4 a pH= 2-3.

REACTIVOS

- Solución de permanganato potásico 0.1 N:
Pesar 3.1608 g de $KMnO_4$ y disolverlo en agua destilada diluyendo hasta 1000 ml. (Conservar en frigorífico a 4°C).
- Solución de permanganato potásico 0.01 N:
Por dilución de la solución de $KMnO_4$ 0.1 N; para ello tomar 100 ml de la disolución anterior y llevarla a 1000ml. (Conservar en frigorífico a 4°C).
- Solución de ácido oxálico 0.1 N:
Pesar 6.3035 g de ácido oxálico y disolverlo en agua destilada, diluyendo hasta 1000 ml. (Conservar en frigorífico a 4°C).
- Solución de ácido oxálico 0,01N:

Por dilución de la solución de ácido oxálico 0,1N. (Conservar en frigorífico a 4°C).

- Solución de sulfúrico diluido 1:3: 100 ml de H₂SO₄ + 200 ml de agua destilada.

PROCEDIMIENTO

1. Medir 100 ml del agua problema y colocarla en un matraz.
2. Añadir 5 ml de H₂SO₄ diluido 1:3.
3. Poner perlas de vidrio.
4. Adicionar 20 ml de K MnO₄ 0.01N. Dejar hervir durante 10 minutos exactos.
5. Añadir 20 ml de ácido oxálico 0.01N, se producirá la decoloración completa.
6. Valorar el ácido oxálico en exceso con KMnO₄ 0.01N hasta viraje a rosado débil.

KMnO₄ < 2 ml usar 200 ml de muestra.

KMnO₄ > 6 ml usar 50 ml de muestra y enrasar hasta 100 ml.

Para que el método sea exacto, hace falta que el KMnO₄ gastado en la valoración esté entre 2-6 ml; de no ser así, cambiar la cantidad de agua inicial, aumentándola o disminuyéndola.

Veamos el esquema de las reacciones que ocurren:

1. M.O.red+KMnO₄ (añadido) = M. O. (oxidada) + KMnO₄ exceso (color)
2. KMnO₄ exceso + C₂O₄H₂ (añadido)= Productos + H₂C₂O₄ exceso (incolore)
3. H₂C₂O₄ exceso +KMnO₄ (valoración)=Productos (color)

Vamos a expresarlo como O₂, ya que la cantidad de KMnO₄ que es reducida por la M. O. del H₂O, es igual al O₂ liberado.

meq M. O = meq O₂ liberado = meq H₂C₂O₄ consumido = meq KMnO₄ total - meq KMnO₄ exceso

meq KMnO₄ exceso = meq H₂C₂O₄ consumido = meq H₂C₂O₄ total - meq H₂C₂O₄ exceso

meq KMnO₄ gastado

meq O₂ = meq KMnO₄ reaccionante = meq KMnO₄ total - meq KMnO₄ exceso

meq H₂C₂O₄(reaca) = meq H₂C₂O₄(T) - meq H₂C₂O₄(E)

meq KMnO₄(valoración)

meq O₂ = meq KMnO₄(T) - (meq H₂C₂O₄(T) - meq KMnO₄

6. CÁLCULOS

mg O₂ / L = (A - B) * 0.8

Dónde:

A= Volumen de KMnO₄ gastado en la valoración de la muestra.

B= Volumen de KMnO₄ gastado en la valoración del blanco.

N= Normalidad del valorante

NOTA: Expresión válida para 100 ml de muestra y KMnO₄ 0.01N. Si se emplean 200 ml de muestra en la valoración, el volumen de permanganato gastado debe dividirse por dos antes de aplicar esta expresión. Si por el contrario, se emplean 50 ml de muestra, el volumen de permanganato gastado en la valoración debe multiplicarse por dos antes de aplicar la expresión.