FORMULACIÓN E IMPLEMENTACIÓN DE UN INSTRUCTIVO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA ANÁLISIS DE AGUAS RESIDUALES DOMÉSTICAS EN EL LABORATORIO DE LA UNIVERSIDAD CATÓLICA DE MANIZALES

TRABAJO DE GRADO

LUISA FERNANDA LOAIZA MALDONADO

JULIANA ANDREA SANDOVAL GALLEGO

TUTOR

ALEJANDRO RINCON SANTAMARIA

UNIVERSIDAD CATÓLICA DE MANIZALES
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
INGENIERÍA AMBIENTAL

MANIZALES
2017

FORMULACIÓN E IMPLEMENTACIÓN DE UN INSTRUCTIVO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA ANÁLISIS DE AGUAS RESIDUALES DOMÉSTICAS EN EL LABORATORIO DE LA UNIVERSIDAD CATOLICA DE MANIZALES

LUISA FERNANDA LOAIZA MALDONADO

JULIANA ANDREA SANDOVAL GALLEGO

(ESTUDIANTES DE INGENIERÍA AMBIENTAL; TRABAJO DE GRADO EN MODALIDAD ASISTENTE DE INVESTIGACIÓN)
Colaboración de: Diana Carolina Giraldo
Wilmar Osorio Viana
Alejandro Franco

UNIVERSIDAD CATÓLICA DE MANIZALES

FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA

INGENIERÍA AMBIENTAL

MANIZALES
2017

RESUMEN

Las aguas residuales aportan materia orgánica y sustancias como hidrocarburos y metales pesados tóxicos, los cuales fluyen por los ríos y son producto de la actividad humana.

En el presente trabajo se presentan de forma detallada los procedimientos que se utilizan para analizar aguas residuales domésticas.

Conocer qué tan importante es la realización de estas pruebas lleva consigo unos procedimientos ya establecidos, la idea es tener más conocimiento sobre estos para brindarle a la universidad un manual en el cual se muestran estos procedimientos de una manera más entendible para los estudiantes de la institución.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue realizado con el acompañamiento del Docente Investigador Alejandro Rincón, a quien nos gustaría expresar nuestro más profundo agradecimiento, por hacer posible la realización de este estudio, por su paciencia, tiempo, y dedicación que tuvo para con nosotros.

Primero que todo gracias a Dios por permitirnos realizar nuestros sueños dándonos la vida y bendiciéndonos en cada momento, por ser tan consecuente impulsándonos cada día a ser mejores.

Gracias a nuestros padres por ser esenciales y brindarnos un apoyo incondicional día a día, mostrándonos que la lucha de nuestros sueños es nuestro futuro sin duda alguna.

Gracias a nuestras madres porque fueron el apoyo más enorme en nuestro desempeño profesional, por ser el mejor y más grande ejemplo en nuestras vidas viendo siempre el lado bueno a las cosas y al tiempo. Gracias por ser parte de este sueño que es nuestro sueño.

Agradecemos a nuestros docentes, que compartieron con nosotras sus conocimientos para convertirnos en unas profesionales, por su tiempo, dedicación y por su pasión a la hora de entregarnos todo de ellos.

Gracias a Diana Carolina Giraldo, Wilmar Osorio Viana y Alejandro Franco, por colaborarnos mediante la explicación y acompañamiento para la realización de las pruebas.

Gracias a nuestros compañeros de carrera, que con el tiempo se convirtieron en más que eso, aprendiendo unos de otros con miles de adversidades y problemas que poco a poco se fueron solucionando, Gracias a los que aún siguen por estar siempre ahí acompañándonos en nuestras alegrías y tristezas dándonos un apoyo y a los que ya no están
Gracias!

CONTENIDO

RESUMEN 3
AGRADECIMIENTOS 3
TABLA DE ILUSTRACIONES 7
TABLA DE TABLAS 8
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA 9
JUSTIFICACIÓN 10
OBJETIVOS 11
General 11
Específicos 11
ANTECEDENTES 11
METODOS DE PRESERVACION 12
METODOLOGÍA 13
PARÁMETROS 13
VALORES LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES 13
Metodología para el primer objetivo 15
Metodología para el segundo objetivo 15
Metodología del informe 16
RIESGOS DE LOS REACTIVOS QUE SON UTILIZADOS EN LAS PRUEBAS DE ESTE MANUAL 16
FOSFATO DE POTASIO MONOBÁSICO (KH_2PO_4) 16
FOSFATO DE POTASIO DIBÁSICO (K_2HPO_4) 17
FOSFATO DE SODIO DIBASICO HEPTAHIDRATADO (Na_2HPO_4:7H_2O) 17
CLORURO DE AMONIO (NH_4Cl) 17
SULFATO DE MAGNESIO HEPTAHIDRATADO ($MgSO_4$:7H_2O) 17
CLORURO DE CALCIO ($CaCl_2$) 18
CLORURO FERRICO HEXAHIDRATADO ($FeCl_3$:6H_2O) 18
ACIDO CLORHIDRICO (HCl) 18
TRICLOROTRIFLUOROETANO 18
n- Hexano 19
DICROMATO DE POTASIO ($K_2Cr_2O_7$) 19
ACIDO SULFURICO (H_2SO_4) 19
SULFATO MERCÚRICO ($HgSO_4$) 19
SULFATO DE PLATA (Ag_2SO_4) 20

AMONIO Y HIERRO (II) SULFATO HEXAHIDRATO (Fe (NH4)2(SO4)2. 6H2O)..... 20
1,10-FENOANTROLINA MONOHIDRATADA..... 20
SULFATO FERROSO HEPTAHIDRATADO (FeSO4:7H2O) 20
PROCEDIMIENTOS PARA MUESTRAS DE CARACTERIZACION DE AGUAS RESIDUALES DOMESTICAS..... 20
PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA 21
DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO_5) 21
Equipos..... 21
Materiales 21
Reactivos e Insumos 21
Procedimiento..... 21
PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA SÓLIDOS SEDIMENTABLES 24
Materiales..... 24
Procedimiento..... 24
PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA SÓLIDOS SUSPENDIDOS..... 25
Equipos 25
Materiales..... 25
Reactivos e insumos 25
Procedimiento..... 26
PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA SÓLIDOS DISUELTOS 29
Equipos 29
Materiales..... 29
Procedimiento..... 29
PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA GRASAS Y ACEITES 33
Equipos 33
Materiales..... 33
Reactivos e insumos 33
Procedimiento..... 34
Preparación sistema de vacío 36
Preparación del equipo de extracción Soxhlet 39
PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)..... 43

Materiales 43
Reactivos e insumos 43
Procedimiento 44
PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA NITRÓGENO AMONIACAL 46
Equipos 46
Materiales 47
Reactivos e insumos 47
Procedimiento 47
RESULTADOS 49
PRUEBA DEMANDA BIOQUIMA DE OXIGENO (DBO_5) 49
PRUEBA SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES 50
PRUEBA SOLIDOS DISUELTOS 51
PRUEBA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO) 52
PRUEBA NITRÓGENO AMONIACAL 53
DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES 53
RECOMENDACIONES DE TRABAJOS FUTUROS 54
REFERENCIAS 55

TABLA DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1. Preparación Agua de dilución 22
Ilustración 2. Determinación de Oxígeno disuelto 23
Ilustración 3. Botellas winkler para incubación 23
Ilustración 4. Prueba de solidos sedimentables 25
Ilustración 5. Pesaje del papel filtro 26
Ilustración 6. Montaje sistema de filtración al vacío 26
Ilustración 7. Papel filtro en el embudo 27
Ilustración 8. Papel filtro en el desecador 28
Ilustración 9. Resultado final de solidos suspendidos 28
Ilustración 10. Crisoles dentro del horno 30
Ilustración 11.Crisol en el desecador 30
Ilustración 12. Evaporación de la muestra 31
Ilustración 13. Pinzas para sujetar el crisol 31
Ilustración 14. Crisol enfriándose en el desecador 32
Ilustración 15. Pesaje del crisol con la muestra de solidos disueltos 32

Ilustración 16. Muestra de agua residual domestica 34
Ilustración 17. Cámara de extracción de gas 34
Ilustración 18. Filtro en el embudo 35
Ilustración 19. Agua destilada para esparcir la sílice de diatomea 35
Ilustración 20. Bomba de vacío 36
Ilustración 21. Filtro con la muestra, en el embudo Buchner 36
Ilustración 22. Dedal con la muestra 37
Ilustración 23. Horno 37
Ilustración 24. Cuentas de vidrio en el dedal 38
Ilustración 25. Balanza analítica 38
Ilustración 26. Sistema de extracción B-811 40
Ilustración 27. Dedal en el sistema 40
Ilustración 28. Matraz con el Triclorotrifluoroetano 40
Ilustración 29. Dedal y matraz montados para iniciar la extracción 41
Ilustración 30. Matraz de extracción en baño de agua María a 70°C 41
Ilustración 31. Residuo de grasas y aceites en el matraz 42
Ilustración 32. Pesaje del residuo 42
Ilustración 33. Reactor 45
Ilustración 34. Indicador de Ferroina 45
Ilustración 35. Titulación 46

TABLA DE TABLAS

Tabla 1. METODOS UTILIZADOS PARA CARACTERIZACION DE AGUAS RESIDUALES EN EL LABORATORIO DE CORPOCALDAS 11
Tabla 2. Almacenamiento máximo recomendado 13
Tabla 3. VALORES LIMITES MAXIMOS PERMISIBLES EN AGUAS RESIDUALES DOMESTICAS Y AGUAS RESIDUALES NO DOMESTICAS 14

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La situación de la cual surge el proyecto es la necesidad de realizar análisis, y diagnóstico de la contaminación de aguas residuales domésticas.
Adicionalmente en términos generales existe cada una mayor preocupación por el impacto que generan las aguas residuales domesticas sobre las corrientes hídricas lo que genera una mayor necesidad de caracterízalas.

En el programa de ingeniería ambiental de la universidad existe un laboratorio de Calidad de aguas, el cual cuenta con materiales y equipos para la realización de las pruebas de caracterización de aguas residuales domésticas, pero carece de:

1. La información en el regado en la realización de estas pruebas analíticas para que los estudiantes culminen su carrera con más fortalezas en estas competencias.
2. Un mayor apoyo en los proyectos de investigación y extensión en la realización de estas pruebas.

Además para Aguas residuales domésticas, la normativa Colombiana se va haciendo cada vez más estricta por lo que esto implica una mayor necesidad de medir los parámetros que son exigidos.

En el Standard Methods se encuentra la metodología pero no es un documento didáctico, de hecho es difícil su aplicación por parte de estudiantes como los estudiantes de Ingeniería Ambiental, este presenta las siguientes limitaciones:

1. No explican detalles importantes en los procedimientos
2. Varios pasos son explicados en términos para químicos especializados
3. No indica lista de reactivos ni de materiales
4. No indica preparación previa de reactivos o soluciones

5. No contiene fotos que ayuden a tener una mejor comprensión y aprendizaje.

JUSTIFICACIÓN

El principal beneficio de la realización de este trabajo, es la formación de los estudiantes y docentes para realizar estas pruebas analíticas de caracterización de aguas residuales domésticas.
Se pretende generar una guía instructiva didáctica, explicativa, clara y detallada que permita una ágil realización de estas pruebas en el laboratorio de la UCM, tanto para docentes como estudiantes. Las pruebas consideradas son: Nitrógeno Amoniacal, Sólidos Suspendidos Totales, Solidos Sedimentables, Solidos Disueltos, DBO_5, Grasas y Aceites y DQO, especialmente en asignaturas como diseño PTAR o Calidad de Aguas. La guía presenta los siguientes beneficios:

- Explica detalles importantes
- Explica en términos de fácil entendimiento para estudiantes de Ingeniería Ambiental, proporciona fotos que ayudan en la comprensión y aprendizaje.
- Indica lista de reactivos, materiales y equipos necesarios para trabajo de grado y proyectos de desarrollo
- Indica preparación previa de soluciones

Otros beneficios de la realización de este trabajo son:

- Contribuir al avance de los proyectos de Investigación de la UCM que involucren caracterización de Aguas Residuales Domésticas.
- Contribuir al análisis de las Aguas Residuales Domésticas a nivel local de Caldas en pro del cumplimiento de la Normativa Colombiana.

OBJETIVOS

General

Revisar e implementar Técnicas analíticas para análisis de aguas residuales domésticas en el laboratorio de la Universidad Católica de Manizales

Específicos

- Definir procedimientos que incluyan paso a paso, materiales, equipos, preparación de reactivos y cantidades necesarias, que permitan evaluar los parámetros fisicoquímicos básicos (DBO5, DQO, SST, SS, Solidos Disueltos, N-Amoniacal, Grasas y Aceites) del agua residual doméstica.

- Evaluar los parámetros fisicoquímicos básicos anteriormente mencionados del agua residual doméstica.

ANTECEDENTES

El laboratorio ambiental de Corpocaldas realiza análisis microbiológicos y fisicoquímicos, incluyendo metales para aguas superficiales, lluvia, residuales industriales y domésticas, los métodos analíticos utilizados son los del Standard Methods aprobados y validados por el IDEAM.[1]
A continuación se mostrará una tabla con algunos de los ensayos que se practican en el laboratorio de Corpocaldas.

Tabla 1. METODOS UTILIZADOS PARA CARACTERIZACION DE AGUAS RESIDUALES EN EL LABORATORIO DE CORPOCALDAS

Determinación	**Método**
Caudal	Volumetría utilizando cronometro
Caudal	Velocidad utilizando molinete
Oxígeno disuelto	Modificación de Azida (SM 4500-O C)
Ph	Electrometría (SM 4500-H+ B)

Demanda Bioquímica de Oxígeno	Electrodo Membrana (SM 4500-O G) ,Incubación 5 días SM 5210 B
Demanda Bioquímica de Oxígeno (Filtrada)	Electrodo Membrana (SM 4500-O G) ,Incubación 5 días SM 5210 B
Demanda Química de Oxígeno	Reflujo cerrado - Titulométrico (SM 5220 C)
Demanda Química de Oxígeno (Filtrada)	Reflujo cerrado - Titulométrico (SM 5220 C)
Sólidos totales	Secado 103 - 105ºC (SM 2540 B)
Sólidos sedimentables	Volumetría (SM 2540 F)
Grasas y aceites	Extracción Soxhlet (SM 5520 D) [2]

Entre otros.

METODOS DE PRESERVACION

El objetivo del muestreo es obtener una parte representativa del material bajo estudio (cuerpo de agua, efluente industrial, agua residual, etc.) para la cual se analizaran las variables fisicoquímicas de interés. El volumen del material captado se transporta hasta el lugar de almacenamiento (cuarto frío, refrigerador, nevera, etc.), para luego ser transferido al laboratorio para el respectivo análisis, momento en el cual la muestra debe conservar las características del material original. Para lograr el objetivo se requiere que la muestra conserve las concentraciones relativas de todos los componentes presentes en el material original y que no hayan ocurrido cambios significativos en su composición antes del análisis.[3]

Tabla 2. Almacenamiento máximo recomendado

Determinación	Tiempo	Preservación
DBO	48 h	Refrigeración
Solidos	2-7 d	Refrigeración
Grasas y Aceites	28 d	Agregar HCl hasta pH<2, refrigerar
DQO	28 d	Analizar lo más pronto posible, o agregar H2SO4 hasta pH<2; y refrigerar.[15]

METODOLOGÍA

PARÁMETROS

- Demanda Bioquímica de Oxigeno (DBO_5)
- Demanda Química de Oxigeno (DQO)
- Nitrógeno Amoniacal
- Solidos Suspendidos Totales (SST)
- Solidos Sedimentables (SSED)
- Solidos Disueltos
- Grasas y Aceites

VALORES LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES

En la Resolución 0631 del 17 de Marzo de 2015, por la cual se establecen los Parámetros y los valores límites máximos permisibles en los vertimientos puntuales a cuerpos de aguas superficiales y a los sistemas de alcantarillado público por la tabla.

Aguas Residuales Domesticas: Son las procedentes de los hogares, así como las de las instalaciones en las cuales se desarrollan actividades industriales, comerciales o de servicios y que correspondan a:

Aguas Residuales No Domesticas: Son las procedentes de las actividades industriales, comerciales o de servicios distintas a las que constituyen aguas residuales domésticas.

Tabla 3. VALORES LIMITES MAXIMOS PERMISIBLES EN AGUAS RESIDUALES DOMESTICAS Y AGUAS RESIDUALES NO DOMESTICAS					
PARAMETRO	**UNIDADES**	**Aguas Residuales Domésticas y Aguas Residuales NO Domésticas de los prestadores del servicio público de alcantarillado, con una carga mayor a 625,00 kg/día y menor o igual a 3.000,00 kg/día.**	**Aguas Residuales Domésticas y Aguas Residuales NO Domésticas de los prestadores del servicio público de alcantarillado, con una carga mayor a 3.000,00 kg/día.**	**ARD y ARnD con carga menor o igual de 6.25.00 kg/día.**	**Aguas Residuales de Saneamiento de Vivienda**
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	mg/L O_2	180,00	150,00	180,00	200,00
Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO_5)	mg/L O_2	90,00	70,00	90,00	
Sólidos Sedimentables (SST)	mg/L	5,00	5,00	5,00	5,00
Grasas y Aceites	mg/L	20,00	5,00	20,00	20,00
Nitrógeno Amoniacal (N-NH_3)	mg/L	Análisis y Reporte	Análisis y Reporte	Análisis y Reporte	
Solidos Suspendidos Totales (SST)	mL/L	5,00	5,00	90,0	
Solidos Disueltos (SD)		----------	----------	----------	----------

4

Metodología para el primer objetivo

Actividades a seguir:

- Consultar en el documento RAS, la normativa para las técnicas analíticas requeridas para el análisis de los parámetros que se van a evaluar (DQO, DBO, SST, Solidos sedimentables, solidos disueltos, N Amoniacal, Grasas y Aceites).
- Consultar en el documento Standard Methods y otros documentos, los procedimientos para la evaluación de los parámetros físico químicos para agua residual doméstica.
- Definir lista de materiales y reactivos que se necesitan para realizar los procedimientos.
- Definir el paso a paso de los procedimientos para la preparación de las soluciones previas.
- Crear un documento instructivo de realización de cada una de las pruebas, con una amplia explicación y de fácil comprensión para el uso de los estudiantes y docentes, y que este incluya fotos con el fin de facilitar la comprensión.

Metodología para el segundo objetivo

- Tomar la muestra de agua residual domestica
- Tener en cuenta los lineamientos de preservación
- Acondicionar la muestra del agua residual doméstica a la temperatura y condiciones necesarias.
- Proveer y preparar los reactivos, equipos y materiales que son necesarios para cada una de las pruebas.
- Realizar el análisis del agua residual, utilizando los procedimientos predefinidos.
- Toma de datos que den cuenta de la realización del procedimiento.
- Toma de fotos del procedimiento.
- Registro de resultados.

Metodología del informe

- Redactar informe final.
- Realizar diapositivas en Power Point y socializar.

RIESGOS DE LOS REACTIVOS QUE SON UTILIZADOS EN LAS PRUEBAS DE ESTE MANUAL

Protección personal para realizar las pruebas en el laboratorio

- Inhalación: Salir al aire fresco. Si no respira la persona, dar respiración artificial. Si se le dificulta respirar, dar oxígeno.
- Contacto con los ojos: En caso de contacto inmediatamente lavar con abundante agua por lo menos 15 minutos, abriendo y cerrando los parpados ocasionalmente. Llamar a un médico si irritación persiste.
- Contacto con la piel: Lavar piel con abundante agua y jabón mientras se remueve la ropa contaminada. Conseguir atención médica si irritación persiste o se desarrolla.
- Ingestión: En caso de ingestión, dar varios vasos de agua para beber para diluir. Si se ingieren grandes cantidades o si se presentan síntomas, busque ayuda médica. No dar nada por boca a una persona inconsciente.

FOSFATO DE POTASIO MONOBÁSICO (KH_2PO_4)

- Inhalación: Puede causar una ligera irritación de las vías respiratorias.
- Contacto con los ojos: Puede causar irritación, enrojecimiento y dolor.
- Contacto con la piel: Debido a su naturaleza ácida irritativa, puede causar inflamación y dolor al contacto prolongado, especialmente con la piel húmeda.
- Ingestión: Los fosfatos son absorbidos lenta e incompletamente cuando se ingiere, y rara vez resultan en efectos sistémicos. Estos efectos, sin embargo, se han producido síntomas que pueden incluir vómito, letargo, diarrea, efectos químicos de sangre, efectos sobre el corazón y sistema nervioso central. [6]

FOSFATO DE POTASIO DIBÁSICO (K_2HPO_4)

Sustancia no peligrosa

- Ingestión accidental Grandes dosis: puede provocar trastornos gastrointestinales Debe beber inmediatamente agua ò leche.Solicitar asistencia médica de inmediato.
- Contacto con los ojos: Irritación y ardor en los ojos Lavar suavemente con agua corriente durante 15 minutos, abriendo ocasionalmente los parpados. Solicitar atención medica de inmediato.
- Inhalación: Irritación en las vías tracto respiratorias Traslade a un lugar con ventilación adecuada.[7]

FOSFATO DE SODIO DIBASICO HEPTAHIDRATADO ($Na_2HPO_4:7H_2O$)

- Inhalación: puede causar irritación del tracto respiratorio. Los síntomas que pueden presentarse son tos y falta de respiración.
- Ingestión: los fosfatos se absorben lenta e incompletamente, los efectos pueden ser vómito, diarrea, efectos en la química sanguínea, efectos cardiacos y efectos sobre el sistema nervioso central.
- Contacto con la piel: causa irritación con enrojecimiento y dolor
- Contacto con los ojos: causa irritación con enrojecimiento y dolor.[8]

CLORURO DE AMONIO (NH_4Cl)

- Inhalación: Irritaciones en vías respiratorias. Tos, dificultades respiratorias.
- Contacto con los ojos: Irritación
- Contacto con la piel: Irritación.[7]

SULFATO DE MAGNESIO HEPTAHIDRATADO ($MgSO_4:7H_2O$)

- Inhalación: Irritación del tracto respiratorio superior
- Contacto con los ojos: Irritación
- Contacto con la piel: Irritación
- Ingestión: En grandes dosis causa colapso circulatorio, depresión cardiaca y del sistema nervioso central. [9]

CLORURO DE CALCIO ($CaCl_2$)

- Inhalación: Material granular, no plantea un peligro de inhalación significativa, pero la inhalación de polvo puede causar irritación de las vías respiratorias, con síntomas de tos y dificultad respiratoria.
- Contacto con los ojos: El peligro puede ser la abrasión mecánica o, más grave, quemaduras por el calor y la irritación de la hidrólisis del cloruro.
- Contacto con la piel: Sólidos pueden causar una ligera irritación en la piel seca, soluciones fuertes o sólidos en contacto con la piel húmeda puede causar irritación severa, incluso quemaduras.
- Ingestión: Baja toxicidad material pero la ingestión puede causar irritación grave de la mucosa debido al calor de la hidrólisis.

Grandes cantidades pueden causar malestar gastrointestinal, Vómito, dolor abdominal.[6]

CLORURO FERRICO HEXAHIDRATADO ($FeCl_3{:}6H_2O$)

Baja toxicidad.

- Ingestión en grandes cantidades: náuseas, vómitos, dolores de estómago, desarreglos intestinales.
- Contacto con los ojos: irritaciones. [7]

ACIDO CLORHIDRICO (HCl)

- Inhalación: El gas causa dificultad para respirar, tos e inflamación y ulceración de nariz, tráquea y laringe.
- Contacto con ojos: Quemaduras, reducir la visión o pérdida total de esta.
- Contacto con la piel: En forma de vapor o disoluciones concentradas causa quemaduras o dermatitis.
- Ingestión: Produce corrosión de las membranas mucosas de la boca, esófago y estómago. Nauseas, vomito, sed intensa y diarrea. [10]

TRICLOROTRIFLUOROETANO

- Inhalación: Arritmia cardiaca y perdida del conocimiento.
- Contacto con la piel: Enrojecimiento

- Contacto con los ojos: Enrojecimiento y dolor. [11]

n- Hexano

- Inhalación: causa tos y cansancio a concentraciones bajas
  En concentraciones altas: adormecimiento, pérdida de conciencia, dificultad para respirar
- Contacto con los ojos: Irritación y enrojecimiento
- Contacto con la piel: Irritación y enrojecimiento, si es muy frecuente causa dermatitis.
- Ingestión: Nauseas, vomito e irritación de la garganta. [10]

DICROMATO DE POTASIO ($K_2Cr_2O_7$)

- Inhalación: Inicialmente se produce una ulcera de la nariz, espasmos, inflamación, genera neumonitis y edema pulmonar, lo que finalmente produce la muerte.
- Contacto con los ojos: Quemaduras
- Contacto con la piel: Irritación e inflamación.
- Ingestión: Decoloración dental, nauseas, vómito, diarrea, choque cardiovascular, gastroenteritis aguda, edema cerebral y de pulmones. [10]

ACIDO SULFURICO (H_2SO_4)

- Inhalación: Irritación, quemaduras, ros, dificultad para respirar.
- Ingestión: Corrosivo, quemaduras severas de en boca y garganta, perforación del estómago y esófago, dificultad para comer, nauseas, vomito con sangre y diarrea.
- Contacto con la piel: Quemaduras severas, profundas y dolorosas.
- Contacto con los ojos: Irritación severa, ceguera y perforación del globo ocular.

SULFATO MERCÚRICO ($HgSO_4$)

- Inhalación: Sensación de quemón, tos, dificultad respiratoria, dolor de garganta y debilidad.

- Contacto con la piel: Enrojecimiento, dolor, quemaduras y ampollas.
- Contacto con los ojos: Enrojecimiento, dolor, poca visión, quemaduras.
- Ingestión: Dolor abdominal, diarrea, nauseas, sabor metálico, shock o colapso.[11]

SULFATO DE PLATA (Ag_2SO_4)

- Ingestión: Provoca diarrea y espasmos abdominales
- Contacto con los ojos: Irritación y ardor lo cual conlleva a una inflamación
- Contacto con la piel: enrojecimiento e irritación de la piel
- Absorción: No identificado.[8]

AMONIO Y HIERRO (II) SULFATO HEXAHIDRATO (Fe (NH4)2(SO4)2. 6H2O)

- Contacto con la piel: No produce irritaciones
- Contacto con los ojos: No produce fuertes irritaciones
- Ingestión: Produce vomito. [13]

1,10-FENOANTROLINA MONOHIDRATADA

Hasta el momento no se conocen síntomas ni efectos que pueda producir.[14]

SULFATO FERROSO HEPTAHIDRATADO (FeSO4:7H2O)

- Inhalación: Irritaciones
- Contacto con los ojos: Irritaciones
- Ingestión: Irritaciones en el aparato digestivo, vomito. [7]

PROCEDIMIENTOS PARA MUESTRAS DE CARACTERIZACION DE AGUAS RESIDUALES DOMESTICAS.

PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO_5)

Equipos

- Oximetro
- Aireador

Materiales

- 1 Agitador magnético
- 3 Botellas winkler (250 mL)
- 1 metro de Papel aluminio
- 3 Pipetas graduadas de 10 mL
- 3 Vidrio reloj
- 2 Espátulas
- Balón volumétrico (500 mL)
- 4 Erlenmeyer de 250 mL
- 2 Varillas agitadoras

Reactivos e Insumos

- Para Solución Tampón Fosfato:4,25 g de KH_2PO_4, 10,875g de K_2HPO_4, 16,7 g de Na_2HPO_4:$7H_2O$ y 0,85 g de NH_4Cl
- Para Solución de Sulfato de Magnesio : 11,25 g de $MgSO_4$:$7H_2O$
- Para Solución de Cloruro de Calcio: 13,75 g de $CaCl_2$
- Para Solución de Cloruro Férrico: 0,125 g de $FeCl_3$:$6H_2O$
- 5 Litros de agua Destilada

Procedimiento

Preparación del agua de dilución

- Se llena con agua destilada un recipiente de plástico de 2L.
- Airear el agua destilada con ayuda de un aireador por 24 horas.

Ilustración 1. Preparación Agua de dilución

Fuente propia

Preparación de las soluciones

- **Solución Tampón Fosfato**

Disolver 4,25 g de KH_2PO_4, 10,875g de K_2HPO_4, 16,7 g de $Na_2HPO_4{:}7H_2O$ y 0,85 g de NH_4Cl en agua destilada y diluir a 500 mL

- **Solución de Sulfato de Magnesio (MgSO4)**

Disolver 11,25 g de $MgSO_4{:}7H_2O$ en 500 mL de agua destilada.

- **Solución Cloruro de Calcio (CaCl2)**

Disolver 13,75 g de $CaCl_2$ en agua destilada y diluir a 500 mL

- **Solución de Cloruro Férrico (FeCl3)**

Disolver 0,125 g de $FeCl_3{:}6H_2O$ en Agua destilada y diluir a 500 mL

Se procede a agregar 1 mL de cada una de las soluciones anteriormente preparadas, por cada litro de agua destilada.

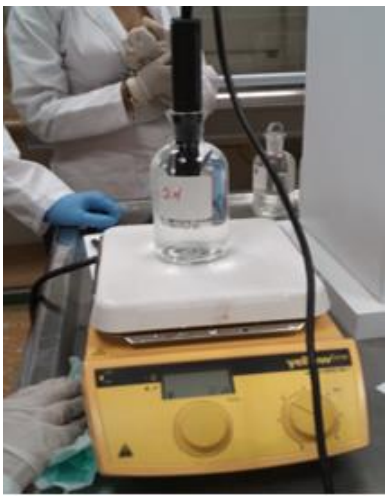
Prueba de Laboratorio para Determinación de la DBO_5

- Se toma la muestra de agua residual doméstica
- Antes de utilizar la muestra de agua se debe revolver con la varilla agitadora para que la muestra se homogenice.
- Se toman dos botellas Winkler, en una se adicionan 3 mL y en la otra se adicionan 9 mL de agua residual respectivamente, luego se afora con

agua de dilución. Y se prepara el blanco en una botella Winkler con Agua Destilada hasta aforar.

- Se tapan los frascos procurando que no queden burbujas, se agitan suavemente para distribuir la muestra en toda la botella y determinar la concentración de Oxígeno disuelto con ayuda del Oxímetro.
- Antes de introducir el electrodo debe ser lavado; este no deben de quedar con burbujas.

Ilustración 2. Determinación de Oxígeno disuelto



Fuente propia

- Se cubren las botellas en su totalidad con papel aluminio.
- Se incuban las muestras a 20°C ± 1ºC durante 5 días en la oscuridad.

Ilustración 3. Botellas winkler para incubación

Fuente propia

- Pasados los 5 días, se debe volver al laboratorio a tomar de nuevo el Oxígeno disuelto en cada una de las botellas winkler.
- Y por último se realiza el cálculo de la DBO con la siguiente fórmula

$$DBO_5[\frac{mgO_2}{L}] = \frac{(Oi - Of) - (Oi\ blanco - Of\ blanco)}{\frac{V\ agua\ residual}{V\ total}}$$

Dónde:

Oi: Oxígeno inicial

Of: Oxigeno final

OiBlanco: Oxigeno inicial blanco

OfBlanco: Oxigeno final blanco

V agua residual: Volumen agua residual en L

V Total: Volumen total en L

PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA SÓLIDOS SEDIMENTABLES

Materiales

- Cono Imhoff
- Soporte universal

Procedimiento

- Se homogeniza la muestra
- Llenar el Cono Imhoff con 1 Litro del agua a trabajar
- Esperar 1 hora a que los Sólidos se sedimenten
- Se registran los datos obtenidos, en mg/L.

Ilustración 4. Prueba de solidos sedimentables

Fuente propia

PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA SÓLIDOS SUSPENDIDOS

Equipos

- Sistema de filtración al vacío
- Balanza analítica
- Horno de aire caliente
- Desecador
- Bomba de vacío

Materiales

- 2 Papel filtro de 5 micras
- 1 Beaker de 100 mL
- 1 Probeta de 100 mL
- 1 Pinza grande
- 1 Pinza pequeña
- 1 Erlenmeyer con desprendimiento lateral de 250 mL

Reactivos e insumos

- 1 L de agua estilada

Procedimiento

- Se empapa con agua destilada el papel filtro
- Se lleva al horno durante 5 minutos, este debe estar a una temperatura de 100°C.
- Se pasa el papel al desecador con ayuda de las pinzas por 1 minuto
- Pasado el minuto se saca con las pinzas para pesarlo y se registra el resultado.

Ilustración 5. Pesaje del papel filtro

Fuente propia

Ilustración 6. Montaje sistema de filtración al vacío

Fuente propia

- Se pone el filtro en el embudo Buchner del sistema de filtración al vacío de la siguiente manera

Ilustración 7. Papel filtro en el embudo

Fuente propia

- Se pone el embudo nuevamente y tomar 100 mL de la muestra homogenizada en un beaker y filtrarla con la bomba de vacío lentamente
- Cuando la muestra haya sido filtrada en su totalidad, se debe llevar el papel filtro al horno durante 5 minutos.

En caso de que no se pueda filtrar la muestra en su totalidad debido a que el papel filtro ya está saturado, se debe medir cuantos ml de muestra fueron filtrados.

Para una mayor precisión se puede realizar con la ayuda de un embudo.

- Pasados los 5 minutos se lleva al desecador por 1 minuto

Ilustración 8. Papel filtro en el desecador

Fuente propia

- Se realiza el pesaje del papel filtro y se registran los datos

Ilustración 9. Resultado final de solidos suspendidos

Fuente propia

- Se aplica la siguiente formula

$$Concentracion\ Solidos\ suspendidos\ \left(\frac{mg}{L}\right) = \frac{Pf - Pi}{V\ muestra} * 100$$

Donde:

PF: peso papel filtro seco con los sólidos

Pi: peso papel filtro vacío tarado

V muestra: Volumen de la muestra en L

PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA SÓLIDOS DISUELTOS

Esta prueba va ligada a la anteriormente realizada (Solidos suspendidos)

Equipos

- Horno de aire caliente
- Desecador
- Estufa
- Balanza

Materiales

- 1 Placa calefactora
- 2 crisoles grandes (Se recomiendan 2 por si sucede algún accidente con uno de ellos)
- 1 Pinza grande
- 1 Pinza pequeña

Procedimiento

- Se introducen los crisoles al horno a una temperatura de 105°C durante una hora

Ilustración 10. Crisoles dentro del horno

Fuente propia

- Pasado este tiempo pasarlos al desecador en cuestión de segundos y dejarlos por 30 minutos

Ilustración 11.Crisol en el desecador

Fuente propia

- Se pesa el crisol
- Se agrega la muestra que se filtró en la anterior prueba y se pone a evaporar en la estufa

Ilustración 12. Evaporación de la muestra

Fuente propia

- Se pasa el crisol con ayuda de unas pinzas al horno durante una hora

Ilustración 13. Crisol sujetado con pinzas

Fuente propia

- Cuando se haya cumplido el tiempo en el horno, se pasa al desecador por 30 minutos

Ilustración 14. Crisol enfriándose en el desecador

Fuente propia

- Se pesa el crisol y se registra el dato obtenido

Ilustración 15. Pesaje del crisol con la muestra de solidos disueltos

Fuente propia

- Se aplica la siguiente formula

$$Concentracion\ Solidos\ disueltos\left(\frac{mg}{L}\right) = \frac{PF - Pi}{v\ muestra}$$

Donde:

PF: Peso final en mg

Pi: Peso inicial en mg

V muestra: Volumen de la muestra en L

PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA GRASAS Y ACEITES

Equipos

- Bomba de vacío
- Equipo de extracción soxhlet (Este incluye dedal y matraz de extracción)
- pH-metro
- Horno de aire caliente
- Desecador
- Balanza analítica

Materiales

- 3 Papel filtro (Poro de 4 mm)
- 3 Discos de muselina
- Embudo Buchner
- 1 Beaker de 250 mL
- 1 Varilla agitadora
- Se recomienda un Beaker de 1000 mL
- 2 Vidrio reloj
- Cuentas de vidrio
- 1 Pipeteador
- 1 Pipeta de 10 mL
- 2 Erlenmeyer de 1000 ml con salida lateral (Para sistema de vacío)

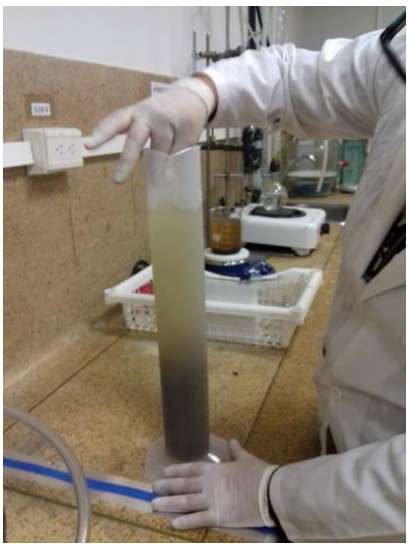
Reactivos e insumos

- 5 mL de Ácido Clorhídrico (HCl) concentrado
- Triclorotrifluoroetano 7 mL
- Suspensión de ayuda al filtro: 10g/L. Suspender 10 g de la tierra de diatomácea en 1 L de agua destilada.
- Disolvente: n-hexano 2 mL
- 1 L de agua destilada

Procedimiento

- Se toma 1 L de la muestra en una probeta de 1 L y realice un punto de referencia en el nivel de la muestra para la determinación del volumen.

Ilustración 16. Muestra de agua residual domestica



Fuente propia

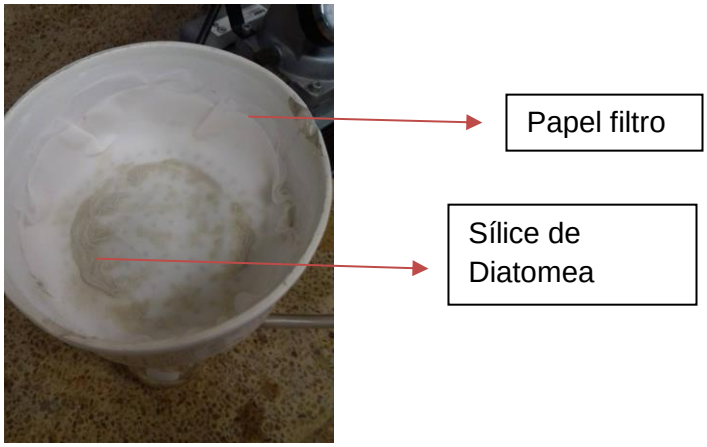
- Acidúlese la muestre a pH 2 o inferior (esto se realiza añadiendo entre 3-5 mL de HCl), para una mayor seguridad realizar esto en la cámara de extracción de gas y teniendo en cuenta las medidas de seguridad como lo son; utilizar tapabocas, bata, guantes y gafas.

Ilustración 17. Cámara de extracción de gas

Fuente propia

- Cubrir el disco de muselina con papel filtro.
- Humedecer y doblar los bordes del papel filtro, con el fin de que en el momento de ponerlo en el embudo sea mucho más fácil.
- Se agregan 20 ml de sílice de diatomea encima del papel filtro ya puesto en el embudo

Ilustración 18. Filtro en el embudo



Fuente propia

- Con agua destilada se trata de esparcir el sílice

Ilustración 19. Agua destilada para esparcir la sílice de diatomea

Fuente propia

- Utilizando la bomba de vacío se pasan 100 mL de la muestra a través del filtro y se lava con agua destilada.

Preparación sistema de vacío

Realizar una trampa para evitar que el agua pase a la bomba de vacío y evitar que esta se dañe. Según como se muestra en la figura.

Ilustración 20. Bomba de vacío

Fuente propia

- Se aplica el vacío hasta que ya no pase agua por el filtro
- Se filtra la muestra y se detiene el vacío cuando ya no pase más agua a través del filtro
- Con la ayuda de unas pinzas se pasa el papel filtro a un vidrio reloj

Ilustración 21. Filtro con la muestra, en el embudo Buchner

Fuente propia

- Se coge un nuevo papel filtro y se empapa con el disolvente

- Con el papel filtro empapado se limpia el embudo Buchner
- Y este se añade al papel filtro del vidrio reloj.
- Se enrolla todo el papel de filtro con la muestra y se introduce en un dedal de extracción del papel.

Ilustración 22. Dedal con la muestra

Fuente propia

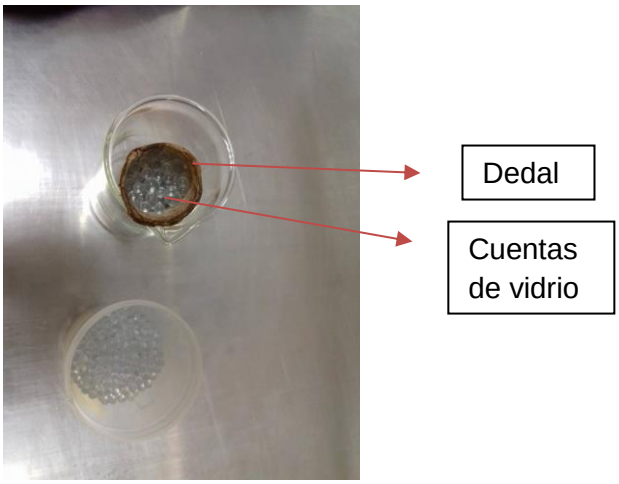
- Se pone a secar el dedal en un horno de aire caliente a 103°C por 30 minutos.

Ilustración 23. Horno

Fuente propia

- Después de esto se llena el dedal con cuentas de vidrio

Ilustración 24. Cuentas de vidrio en el dedal



Fuente propia

- Se pesa el matraz de extracción

Ilustración 25. Balanza analítica

Fuente propia

La extracción Soxhlet consiste en un lavado sucesivo de una mezcla sólida con un solvente; el cual va extrayendo los componentes de la mezcla que sean más solubles en el solvente. [5]

El método elegido para la extracción fue modo Soxhlet en caliente; en el cual los recipientes de extracción se calientan lo cual posibilita una disminución del tiempo de extracción, sobre todo para los disolventes con punto de ebullición elevado.

Preparación del equipo de extracción Soxhlet

Los parámetros de calefacción fueron tomados del manual de instrucciones sistema de extracción B-811.

Disolvente: n-hexano
Configuración de la calefacción
Inferior: 10
Superior: 4

Si no se tiene conocimiento de la programación del sistema de extracción, cuenta con un manual para ello, el cual se encuentra en el laboratorio.
Se debe tener en cuenta que para comenzar el manejo del extractor se deben llevar a cabo las medidas de seguridad; uso de bata, tapabocas, gafas, guantes, no prender cigarrillos, fósforos o candelas cerca al extractor.

En caso de que se presente alguna emergencia lo primero que se debe hacer es desconectar el equipo y salir del laboratorio si es necesario.

- Se adiciona el triclorotrifluoroetano al matraz del sistema soxhlet.
- Para poder empezar a operar con el equipo se debe abrir la llave de agua
- Comenzar la extracción de las grasas y aceites con la ayuda del sistema de extracción soxhlet a una velocidad de 20 ciclos/h durante 4 horas.

Ilustración 26. Sistema de extracción B-811

Fuente propia

Ilustración 27. Dedal en el sistema

Fuente propia

Ilustración 28. Matraz con el Triclorotrifluoroetano

Fuente propia

Ilustración 29. Dedal y matraz montados para iniciar la extracción

Fuente propia

- Destilar el residuo que queda en el matraz de extracción, en un baño de agua a 70°C por 15 minutos
  Esto lo realiza el sistema por sí mismo.

Ilustración 30. Matraz de extracción en baño de agua María a 70°C

Fuente propia

- Se aplica el vacío durante el último minuto
- Enfriar en un desecador por 30 minutos

Ilustración 31. Residuo de grasas y aceites en el matraz

Fuente propia

- Por último se pesa el matraz, teniendo en cuenta que se debe corroborar que la balanza este calibrada.

Ilustración 32. Pesaje del residuo

Fuente propia

- Y se aplica la fórmula:

$$Concentracion\ de\ grasa\ y\ aceite \left[\frac{mg}{L}\right] = \frac{(A - B) * 1000}{V\ muestra}$$

Dónde:

A: Matraz tarado

B: residuo calculado

V muestra: Volumen de la muestra

PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

Método reflujo cerrado

Equipos

- Reactor: block de aluminio con huecos para alojar tubos de 25mm de diámetro y que opere a 150 ± 2ºC.
- Tubos de digestión: tubos de borosilicato con tapa de rosca resistente al calor y contratapa de teflón, de 50 ml de capacidad y 25 mm de diámetro.

Materiales

- 3 Pipetas de 10 mL
- 2 Pipeteadores
- 1 Erlenmeyer de 500 mL

Reactivos e insumos

- 1L de Agua destilada

✓ **Preparación Solución de digestión:**
Agregar a 500 mL de agua destilada 10.216 g de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) previamente secado a 103ºC por 2 horas, 167 ml de H_2SO_4 concentrado y 33.3 g de sulfato mercúrico ($HgSO_4$). Disolver, enfriar a temperatura ambiente y enrasar a 1000 mL

✓ **Preparación Solución de ácido sulfúrico**:
Agregar sulfato de plata (Ag_2SO_4) ácido sulfúrico concentrado en una relación de 5.5 g/kg de H_2SO_4. Esperar 1 o 2 días antes de usar esta solución para permitir la disolución completa del Ag_2SO_4.

- ✓ **Preparación Solución Titulante sulfato de amonio ferroso (SAF) [0,01M]:**

  Disolver 39,2 g de Fe $(NH_4)2$: 6H2O en agua destilada. Adicionar 20 mL de H_2SO_4 concentrado y diluir hasta 1 L.

  Nota: Esta solución se debe estandarizar a diario con la solución digestora $K_2Cr_2O_7$

- ✓ **Preparación Solución Indicador de ferroina:**

  Disolver 1,485 g de 1,10-fenoantrolina monohidratada y 695 mg de $FeSO_4$:$7H_2O$ en agua destilada y diluir hasta 100 mL

Procedimiento

- Se toman 2,5 mL de la muestra de agua residual doméstica en un tubo de digestión
- En otro tubo se realiza el blanco el cual consiste en llenar este de agua destilada
- Posteriormente se agregan 1,5 mL de la solución de digestión
- Y luego se agregan 3,5 ml de la solución de ácido sulfúrico

Nota: tener en cuenta que se debe agregar de una manera lenta por las paredes del tubo ya que puede tener una reacción rápida.

- Se tapa el tubo

Nota: En caso de que la muestra tome una coloración verdosa, se debe diluir, pues la DQO se encuentra en un rango no apropiado.

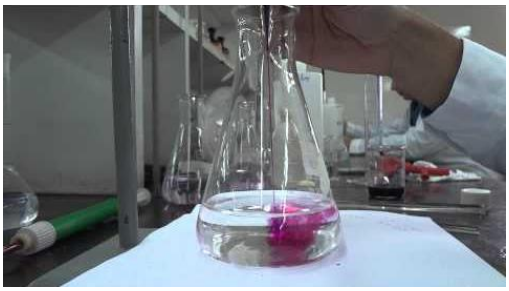
- Se introduce la muestra en el reactor a 150°C por 120 minutos

Ilustración 33. Reactor

Fuente propia

- Se deja enfriar la muestra
- Se pasa la muestra del tubo a un Erlenmeyer de 500 mL
- Se lava el tubo con agua destilada para que la muestra pueda ser pasada en su totalidad. (No importa la cantidad ya que esta no afecta la medición)
- Agregarle gotas indicadoras de ferroína

Ilustración 34. Indicador de Ferroina



Fuente propia

- Se comienza la titulación con solución ferroso amoniacal.
- Se titula hasta que la muestra tome un color rojo.

Ilustración 35. Titulación

Fuente propia

- Y posteriormente se titula el blanco
- Se debe registrar la cantidad de solución ferrosa amoniacal gastada en la titulación y se aplica la fórmula

$$Normalidad\ \ de\ la\ solucion\ SAF = \frac{\text{Volumen (K2Cr2O7) Normalidad (K2Cr2O7)}}{ml\ gastados\ en\ la\ titulacion}$$

Fórmula para la determinación de la DQO

$$DQO\ \left[\frac{mgO_2}{L}\right] = \frac{(A - B) * N * 8000}{V}$$

Dónde:

A: Volumen en L de SAF gastado en el blanco

B: Volumen en L de SAF gastado en la muestra

N: Normalidad de la solución de SAF

V: Volumen en L de la muestra

PROCEDIMIENTO PARA MEDICION DE UNA MUESTRA PRUEBA NITRÓGENO AMONIACAL

Equipos

- Balanza analítica
- Potenciómetro
- Electrodo selectivo a amoniaco
- Agitador magnético

Materiales

- Probeta de vidrio de 100mL
- 2 tubos buchí de 300 mL
- Vaso precipitado de 500 mL
- Papel indicador de pH
- 2 pipetas de 5 mL
- 2 pipetas de 10 mL

Reactivos e insumos

- 1 L de agua destilada
- Solución buffer de borato
- Agua libre de amonio
- Solución Stock de Cloruro de Amonio
- Solución de NaOH 10 N/ 4,5%
- Soluciones patrón de Amonio de 100, 10 y 1 mg de NH3- N/L

Procedimiento

- **Estándares curva de calibración** Preparar una solución de 100 mg de NH3- N/L, a partir de la solución Stock de 1000 mg de NH3-N/L. Tome un alícuota de 25 mL de la solución Stock, pásela a un balón de 250 mL y afore.
- **Preparación de las soluciones**

➔ De la solución de 100 mg/L tome 50 mL y aforar a 500 mL

➔ De la solución de 10 mg/L tome 50 mL y aforar a 500 mL.

- **Procedimiento de análisis**

Calibración del medio de Iones: Comprobar la calibración según las instrucciones del fabricante

- **Curva de Calibración**

➔ Se emplean soluciones con concentraciones de 1.0,10.0 y 100 mg NH3 N/L, preparadas como se indica anteriormente

➔ Colocar 100 mL de cada solución patrón en un Erlenmeyer de 125 mL

- ➔ Introducir el electrodo en el patrón de menor concentración y mezclar con el agitador magnético.
- ➔ Añadir 1 mL de solución de NaOH de 10 N, 4.5% para aumentar el pH por encima de 11
- ➔ Mantener el electrodo en la solución hasta que se obtenga una lectura estable
- ➔ Repetir el procedimiento con las soluciones patrón restantes , en orden ascendente
- ➔ Registrar el valor de la pendiente, esta se debe encontrar entre -54 y -60 mV.

Medición de las muestras

- Colocar 100 mL de muestra en erlenmeyer de 125 mL.
- Enjuagar el electrodo con agua desionizada e introducirlo en un blanco de agua destilada, espere a que la lectura que se observa en pantalla baje a aproximadamente 0.2, enjuague e introduzca electrodo en la muestra.
- Adicionar suficiente solución de hidróxido de sodio para aumentar el pH por encima de 11, compruébelo mediante papel indicador de pH.
- Mezclar con un agitador magnético; limitar la velocidad de agitación para que la solución no capte burbujas de aire que quedarían atrapadas en la membrana del electrodo, y que no salpique para minimizar la posible pérdida de amoniaco de la solución.
- Mantener la misma velocidad de agitación y una temperatura entre 18 y 25ºC durante la lectura del lote de muestras.
- Mantener el electrodo en la solución hasta obtener una lectura estable
- Leer la concentración de N-NH3-N a partir de la curva patrón y registrar en el formato TF0021 de electrometría la concentración leída, los milivoltios y la temperatura. [16]

RESULTADOS

PRUEBA DEMANDA BIOQUIMA DE OXIGENO (DBO_5)

Punto de muestreo: Finca de Santa Rosa de Cabal- Risaralda

Fecha de muestreo: Noviembre 9 /2016

Tipo de muestreo: Muestreo puntual

Hora del muestreo: 4:30 pm

Lugar de realización de la prueba: Laboratorio calidad de aguas de la UCM

Blanco: 6,9 mg

9 mL: 6,2 mg

DBO_5

Blanco: 3,14 mg

9 mL: 1,40 mg

$$DBO_5 \frac{mgO_2}{L} = \frac{(Oi - Of) - (Oi\ blanco - Of\ blanco)}{\frac{V\ agua\ residual}{V\ total}}$$

Dónde:

Oi: Oxígeno inicial

Of: Oxigeno final

OiBlanco: Oxigeno inicial blanco

OfBlanco: Oxigeno final blanco

V agua residual: Volumen agua residual

V Total: Volumen total

$$\boldsymbol{DBO_5 = \frac{(6,2\ mg - 1,40\ mg) - (\ 6,9\ mg - 3,14\ mg)}{\frac{0,009\ L}{0,3\ L}}}$$

$$\boldsymbol{DBO_5 = 34,666 \frac{mgO_2}{L}}$$

PRUEBA SÓLIDOS SEDIMENTABLES

Punto de muestreo: Finca de Santa Rosa de Cabal- Risaralda

Fecha de muestreo: Noviembre 9 /2016

Tipo de muestreo: Muestreo puntal

Hora del muestreo: 4:30 pm

Lugar de realización de la prueba: Laboratorio calidad de aguas de la UCM

Se dejaron sedimentar los sólidos durante una hora en un cono de 1 L

Y los resultados obtenidos fueron 2,5 µL/L

PRUEBA SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES

Punto de muestreo: Finca de la vereda Llanitos, Villamaría

Fecha de muestreo: Febrero 03/2017

Tipo de muestreo: Muestreo puntual

Hora del muestreo: 3:00 pm

Lugar de realización de la prueba: Laboratorio calidad de aguas de la UCM

Peso papel filtro secado: 0,2431 g - 243.1 mg

Peso papel filtro con muestra: 0,2477 g – 247.7 mg

Volumen de la muestra: 48 mL= 0,048 L

Se aplica la formula

$$Concentracion\ Solidos\ suspendidos\ \left(\frac{mg}{L}\right) = \frac{Pf - Pi}{V\ muestra} * 100$$

Donde

PF: peso papel filtro seco con los sólidos

Pi: peso papel filtro vacío tarado

V muestra: Volumen de la muestra en L

$$Concentracion\ Solidos\ suspendidos\ \left(\frac{mg}{L}\right) = \frac{247{,}7mg - 243{,}1mg}{0{,}048\ L} * 100$$

$$Concentracion\ Solidos\ suspendidos = 95{,}83\ \left(\frac{mg}{L}\right)$$

PRUEBA SOLIDOS DISUELTOS

Punto de muestreo: Finca de la vereda Llanitos, Villamaría

Fecha de muestreo: Febrero 03/2017

Tipo de muestreo: Muestreo puntual

Hora del muestreo: 3:00 pm

Lugar de realización de la prueba: Laboratorio calidad de aguas de la UCM

Peso crisol solo: 70,0302 g - 70030.2 mg

Peso crisol con sólidos disueltos: 70,0703 g - 70070.3 mg

Volumen de la muestra: 48 mL= 0,048 L

Se aplica la formula

$$Concentracion\ Solidos\ disueltos[\frac{mg}{L}] = \frac{PF - Pi}{V\ muestra}$$

Donde:

PF: Peso final

Pi: Peso inicial

V muestra: Volumen de la muestra en L

$$Concentracion\ Solidos\ disueltos = \frac{70070{,}3g - 70030{,}2g}{0{,}048\ L}$$

$$Concentracion\ Solidos\ disueltos = \frac{40{,}1\ mg}{0{,}048\ L}$$

$$Concentracion\ Solidos\ disueltos = 835{,}4\ \frac{mg}{L}$$

PRUEBA GRASAS Y ACEITES

Punto de muestreo: Finca de Santa Rosa de Cabal- Risaralda

Fecha de muestreo: Diciembre 8 /2016

Tipo de muestreo: Muestreo puntual

Hora del muestreo: 2:30 pm

Lugar de realización de la prueba: Laboratorio calidad de aguas de la UCM

$$Concentracion\ de\ grasa\ y\ aceite\left[\frac{mg}{L}\right] = \frac{(A - B) * 1000}{V\ muestra}$$

Dónde:

A: Matraz tarado

B: residuo calculado

V muestra: Volumen de la muestra en mL

Matraz tarado: 88,2308 g

Residuo calculado: 88,147 g

V muestra: 230 mL

$$Concentracion\ de\ grasa\ y\ aceite\left[\frac{mg}{L}\right] = \frac{(88{,}2308\ g - 88{,}147 g) * 1000}{230\ mL}$$

$$Concentracion\ de\ grasa\ y\ aceite = 364{,}34\ \left[\frac{mg}{L}\right]$$

PRUEBA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

Punto de muestreo: Finca de Santa Rosa de Cabal- Risaralda

Fecha de muestreo: Octubre 6/ 2016

Tipo de muestreo: Muestreo puntual

Hora del muestreo: 3: 00 Pm

Lugar de realización de la prueba: Laboratorio calidad de aguas de la UCM

$$Normalidad\ \ de\ la\ solucion\ SAF = \frac{\text{Volumen (K2Cr2O7) Normalidad (K2Cr2O7)}}{Volumen\ FAS\ promedio\ ml}$$

$$Normalidad\ de\ la\ solucion\ SAF = \frac{6\ ml * 0{,}25\ N}{25ml}$$

$$Normalidad\ de\ la\ solucion\ SAF = \ 0{,}06\ N$$

Fórmula para la determinación de la DQO

$$DQO[\frac{mgO_2}{L}] = \frac{(A - B) * N * 8000}{V}$$

Dónde:

A: Volumen en L de SAF gastado en el blanco

B: Volumen en L de SAF gastado en la muestra

N: Normalidad de la solución de SAF

V: Volumen en L de la muestra

Volumen SAF e n blanco 8,5 mL - 0.0085 L
Volumen SAF en muestra 5,3 mL – 0.0053 L
V muestra 10 mL - 0.01 L

$$DQO[\frac{mgO_2}{L}] = \frac{(0{,}0085\ L\ - 0{,}0053L\ ) * 0{,}06\ N * 8000}{0.01\ L}$$

$$DQO = 153{,}6\ \frac{mgO_2}{L}$$

PRUEBA NITRÓGENO AMONIACAL

Punto de muestreo: Finca de Santa Rosa de Cabal- Risaralda

Fecha de muestreo: Octubre 6 /2016

Tipo de muestreo: Muestreo puntual

Hora del muestreo: 3 pm

Esta prueba no se pudo realizar de forma efectiva, ya que el equipo de Nitrógeno de la Universidad Católica de Manizales ha venido presentando una serie de inconvenientes con las pruebas antes realizadas y por esto nos indica que no se es posible detectar los niveles de nitrógeno amoniacal presentes en la muestra de agua residual doméstica, y así mismo no es posible realizar las pruebas de las concentraciones de los reactivos utilizados (Estandarización de Reactivos).

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

- Con la realización de este documento se pudo dar cumplimiento a los objetivos planteados en el presenta trabajo, principalmente implementar “las técnicas analíticas para el análisis de agua residual doméstica”, y así mismo se logró definir los procedimientos de cada parámetro donde se muestra el paso a paso, materiales, equipos, preparación de reactivos y cantidades necesarias, también se registraron los resultados obtenidos en cada una de estas.

- El laboratorio de la Universidad Católica de Manizales cuenta con buenas condiciones e instalaciones para la realización de dichos procedimientos, lo cual permitió conocer de una manera más profunda el funcionamiento de los equipos y materiales del laboratorio, sin embargo no se contaba con el deterioro de uno de los equipos, el cual era necesario para la realización de la prueba de Nitrógeno Amoniacal.

- Al momento de ejecutar las pruebas nos dirigimos al documento de Standard Methods, el cual es un manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes , pero este tiene varias falencias; los procedimientos son confusos, no cuenta con una lista previa de materiales, equipos y reactivos que son necesarios para cada una de las pruebas.
  Debido a esto se construyó este manual en el cual se trató de ser lo más conciso posible y mostrar cuales son los materiales, equipos y reactivos obligatorios para cada prueba.

- ❑ En cuanto a los resultados obtenidos en cada una de las pruebas y en comparación con la normativa de los límites máximos permisibles se encontró que la concentración de solidos suspendidos 95,8 mg/L (Max. Permitida 90,00 mg/L) y la concentración de grasas y aceites 364,34 mg/L (max. Permitida 20 mg/L) sobrepasan los valores legales que están estipulados en la resolución 0631 de 2015, pero las demás pruebas si cumplen con esta normativa lo cual significa que el agua residual domestica trabajada es tratable.

RECOMENDACIONES DE TRABAJOS FUTUROS

Una vez terminado este manual, se aprecia la posibilidad de realizar investigaciones sobre otros parámetros físicos químicos para aguas residuales domesticas o no domesticas no mencionados en este trabajo y se sugiere que:

- Se realice una investigación previa en el Standard Methods para posteriormente realizar las pruebas pertinentes en el laboratorio y construir un manual que sea didáctico y entendible o puede ser anexado a este.
- Los equipos y materiales que se utilicen para la realización de las pruebas, estén al alcance de los estudiantes y profesores de la UCM.

- Los estudiantes del programa de Ingeniería Ambiental, utilicen durante cada semestre este manual de apoyo para realizar pruebas físico químicas de aguas residuales domésticas.
- Igualmente los docentes de la Universidad Católica de Manizales, manejen como material de apoyo el manual para explicarles de una manera más sencilla los procedimientos que se deben llevar a cabo para cada prueba a sus estudiantes.
- Se contribuya a los avances de los proyectos de Investigación de la Universidad que involucren caracterización no solo de Aguas Residuales Domésticas si no también No Domesticas.

REFERENCIAS

[1] Corpocaldas. (.). Laboratorio ambiental de Corpocaldas. Diciembre 16, 2016, de Corpocaldas Sitio web: http://www.corpocaldas.gov.co/dynamic_page.aspx?p=503

[2] Standard Methods Asociación Americana de Salud Pública (APHA), la American Water Works Association (AWWA) y la Water Environment Federation (WEF). APHA. 2005. Standard Methods for the examination of water and wastewaters, 21 th edition, American Public Health Association, Washington. ASPREY JF, K BENSON-EVANS & JE FURET. Pag. 4-126 SM 4500-NH_3, 2-86 SM 2540 F, 5-4 SM 5210 B, 5-14 SM 5220 B, 5-52 SM 5520 D.

[3] Dr.calderon. (2017). TOMA Y PRESERVACION DE MUESTRAS. [Online] Available at: http://www.drcalderonlabs.com/Metodos/Analisis_De_Aguas/Toma_De_Muestras.htm [Accessed 22 Jan. 2017].

[4]Anon, (2017). [Online] Available at: http://www.minambiente.gov.co/images/normativa/app/resoluciones/d1-res_631_marz_2015.pdf [Accessed 22 Jan. 2017].

[5] AVILA, A. (.). Equipo Soxhlet. Diciembre 15,2016, de Universidad de cuenca Sitio web: http://dspace.ucuenca.edu.ec/bitstream/123456789/2468/1/tq1111.pdf

[6] Pontificia Universidad Javeriana Cali. (.). HOJA DE SEGURIDAD DE REACTIVOS. Enero 10,2017, de Pontificia Universidad Javeriana Cali Sitio web: http://portales.puj.edu.co/doc-quimica/FDS-LabQca-DianaHermith/KH2PO4.pdf

[7] CTR SCIENTIFIC (.). HOJA DE SEGURIDAD DE REACTIVOS. Enero10, 2017, de CTR Sitio web: https://www.ctr.com.mx/pdfcert/Fosfato%20de%20Potasio%20Dibasico%20Anhidro.pdf

[8] Reactivos Química MEYER. Julio ,2008. HOJA DE SEGURIDAD DE REACTIVOS. Enero 10,2017, de Reactivos Química MEYER Sitio web: http://www.reactivosmeyer.com.mx/pdf/reactivos/hds_2410.pdf

[9] CORPORACION QUIMICA VENEZOLANA. (.). HOJA DE SEGURIDAD DE SULFATO DE MAGNESIO HEPTAHIDRATADO (MgSO4:7H2O). Enero 10,2017, de CORPORACION QUIMICA VENEZOLANA Sitio web: http://iio.ens.uabc.mx/hojas-seguridad/msds_msds-sulfato_de_magnesio_heptahidratado.pdf

[10] QUIMICA-Universidad Nacional Autónoma de México. (.). HOJA DE SEGURIDAD DE REACTIVOS. Enero 10,2017, de Universidad Nacional Autónoma de México Sitio web: http://www.quimica.unam.mx/IMG/pdf/3hshcl.pdf

[11] International Programme on Chemical Safety. (Marzo, 2002). HOJA DE SEGURIDAD DE TRICLOROTRIFLUOROETANO. Enero 10,2017, de Fichas Internacionales de Seguridad Química Sitio web: http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/0a100/nspn0050.pdf

[12] CISPROQUIM. (.). HOJA DE DATOS DE SEGURIDAD DE ACIDO SULFURICO. Enero 10,2017, de CISPROQUIM Sitio web: http://iio.ens.uabc.mx/hojas-seguridad/acido_sulfurico.pdf

[13] Erba,C. (Febrero, 2009). Hoja de datos de seguridad para sustancias Químicas. Enero 12, 2017, de Carlos Erba Reagents Sitio web: http://www.insumos-labcentral.unlu.edu.ar/sites/www.insumos-labcentral.unlu.edu.ar/files/site/Hierro%20II%20Amonio%20Sulfato%206%20H2O%20(Sal%20de%20Mohr).pdf

[14] Reagents S.A & Cicarelli laboratorios. (Agosto, 2006). Hojas de datos de seguridad Fenantrolina monohidratado. Enero 12,2017, de Reagents S.A & Cicarelli laboratorios Sitio web: http://www.insumos-labcentral.unlu.edu.ar/sites/www.insumos-labcentral.unlu.edu.ar/files/site/O-Fenantrolina%201%20H2O%20(1,10-Fenantrolina%201%20H2O).pdf

[15] Universidad Nacional Ideam. (2007). TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS. Enero 30/2017, Ideam 2007 Sitio web: http://datateca.unad.edu.co/contenidos/358003/Residuales_Contenido_en_linea/leccin_19__conservacin_de_muestras.html

[16] IDEAM. (Junio 8, 2007). NITROGENO AMONIACAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (Orion) . Enero 30, 2017, de IDEAM Sitio web: http://www.ideam.gov.co/documents/14691/38155/Nitr%C3%B3geno+Amoniacal+en+Agua+por+Electrodo+Selectivo+de+Amoniaco..pdf/835f77f7-2dba-48ce-abd3-56ab30013b82