

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	1/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

# Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua

Elaborado por:	Revisado por:	Autorizado por:	Vigente desde:
M.E. Natasha Carime Villaseñor Hernández Ing. Juanita Elizabeth Sotelo Morales Ing. Claudia Julieta Espinosa Pérez M.I. Diana Rodriguez Bravo M.I. Oscar David Arroyo García	M.E. Natasha Carime Villaseñor Hernández Ing. Juanita Elizabeth Sotelo Morales Ing. Claudia Julieta Espinosa Pérez M.I. Diana Rodriguez Bravo M.I. Oscar David Arroyo García	Dr. Enrique César Valdez	4 de febrero de 2022

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	2/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## Índice de Prácticas

	<b>Página</b>
<b>Práctica 1: Generalidades del laboratorio y procedimientos analíticos</b>	<b>3</b>
<b>Práctica 2: Parámetros físicos. Determinación de propiedades físicas del agua.</b>	<b>12</b>
<b>Práctica 3: Determinación del pH, Alcalinidad y Dureza del agua.</b>	<b>29</b>
<b>Práctica 4: Determinación de Nitrógeno de Nitratos en agua.</b>	<b>44</b>
<b>Práctica 5: Determinación de Fósforo total en agua.</b>	<b>54</b>
<b>Práctica 6: Determinación de DBO<sub>5</sub>.</b>	<b>64</b>

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	3/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

# Práctica 1: Generalidades del laboratorio y procedimientos analíticos.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	4/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 1. Seguridad en la ejecución

	Peligro o Fuente de energía	Riesgo asociado
1	Bomba de vacío	Eléctrico
2	Espectrofotómetro	Daño a equipo/eléctrico
3	Estufa (Horno)	Quemadura
4	Equipo multiparamétrico	Daño a equipo
5	Material roto	Cortaduras/derrames

### a. Equipo de protección personal



## 2. Objetivo de aprendizaje

Identificar los principales materiales y reactivos que se utilizarán en el laboratorio como parte de las actividades de caracterización de muestras y las generalidades sobre el uso de equipos e instrumentos.

## 3. Introducción

La hidrosfera es un sistema que está constituido por el agua contenida en los océanos, mares, ríos, lagos, subsuelo, el hielo y la nieve, de estos, el agua en estado líquido ocupa el 71% de la superficie terrestre que se distribuye por corrientes saladas y dulces (Vallentyne, 1978). Todas las formas de vida que

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	5/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

habitan en la tierra dependen del agua, la cual funciona como medio de transporte de los nutrientes (Hernandez, 2010).

La calidad del agua se ve afectada por los procesos de degradación durante las reacciones químicas de metales, nutrientes, erosión de la tierra, cenizas, vertimiento de aguas residuales, vertimiento de residuos potencialmente tóxicos y por la contaminación con microorganismos patógenos provenientes de heces (Hugges *et al.*, 2005).

De acuerdo con la Antología de la Ciencia, los términos “trabajos prácticos” o “prácticas de Laboratorio” se utilizan para referirse a las tareas experimentales que apoyan a las actividades de enseñanza de las ciencias en las que se promueven los aprendizajes de los estudiantes. Estos procedimientos están relacionados con el trabajo que se lleva a cabo en un laboratorio escolar, cuyo objetivo es la observación de fenómenos científicos bajo condiciones controladas. Implican el uso de procedimientos científicos de diferentes características (observación, formulación de hipótesis, realización de experimentos, técnicas manipulativas, elaboración de conclusiones, entre otros).

Las actividades de laboratorio requieren conocer los principios básicos de seguridad, así como de los procedimientos analíticos, uso de materiales, equipos, preparación de soluciones y reactivos específicos. En este sentido es fundamental para este laboratorio emplear técnicas analíticas relacionadas con la química asociada a la caracterización del agua.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	6/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

La química analítica se encarga entre otras cosas de “medir la composición de la materia”, los análisis pueden ser cualitativos y cuantitativos, en el caso de los cualitativos se da respuesta a qué elementos o compuestos conforman la muestra, cuando se trate de un **análisis cuantitativo** se sabrá de esos elementos o compuestos su cantidad.

Los análisis de la química analítica también pueden ser **selectivos o específicos**, no debemos confundirlos, cuando una prueba es selectiva quiere decir que tiene preferencia por aquello que se trata de ver en la muestra, pero también es posible que la prueba vea otros componentes. Cuando el análisis es específico entonces sólo ocurre con una sustancia de manera particular.

En la química analítica existen tres vertientes fundamentales para llevar a cabo las determinaciones, que son:

1. Análisis Volumétrico
2. Análisis Gravimétrico
3. Análisis Instrumental.

Para el desarrollo de las prácticas de este laboratorio se hará uso de los tres tipos de análisis, con lo cual se evaluará la calidad del agua en la muestra correspondiente, considerando los aspectos básicos de su procedencia y tipo de uso esperado, para así establecer criterios claros sobre los parámetros a caracterizar y el tipo de análisis que se llevará a cabo.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	7/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

Dentro de los métodos de estudio para determinar la calidad del agua se encuentran las técnicas de análisis de los contaminantes y sus efectos. Descubrir los diferentes elementos que afectan a un sistema contaminado lo que corresponde al concepto clásico de “análisis”, establecer la forma en que tales componentes interactúan y conocer el modo en que el sistema responde ante la alteración, son puntos clave para abordar los problemas de contaminación ambiental, tanto en lo relativo a la prevención como al diagnóstico, corrección y remediación.

El gran desarrollo técnico de las últimas décadas ha suministrado herramientas cada vez más precisas de análisis y predicción, gracias a ellas podemos detectar compuestos xenobióticos en concentraciones de partes por trillón, contar partículas de apenas unos micrómetros de tamaño o identificar cepas microbianas con rapidez y fiabilidad.

#### 4. Material, equipo y reactivos

- Vaso de precipitado 100 mL
- Vaso de precipitado 250 mL
- Vaso de precipitado 1L
- Matraz ErlenMeyer 250 mL
- Matraz ErlenMeyer 500 mL
- Matraz Kitasato 500 mL o 1L
- Matraz aforado (volumétrico) 50mL
- Matraz aforado (volumétrico) 100mL
- Matraz aforado (volumétrico) 250mL
- Matraz aforado (volumétrico) 500L
- Matraz aforado (volumétrico) 1 L
- Pipeta graduada 5 mL
- Pipeta graduada 10 mL

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	8/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Pipeta aforada (volumétrica)  
1 mL
- Pipeta aforada (volumétrica)  
3 mL
- Pipeta aforada (volumétrica)  
5 mL
- Pipeta aforada (volumétrica)  
10 mL
- Pipeta aforada (volumétrica)  
15 mL
- Probeta 50 mL
- Probeta 100 mL
- Probeta 250 mL
- Probeta 500 mL
- Probeta 1 L
- Propipeta
- Espátula
- Charola o vidrio de reloj
- Cápsula de porcelana
- Crisol Gooch
- Tubo de ensayo
- Gradilla
- Bureta 25 o 50 mL
- Frasco Winkler
- Celdas para espectrofotómetro
- Celdas para turbidímetro
- Soporte Universal con pinza
- Agitador de vidrio
- Agitador magnético
- Termómetro de vidrio (solución orgánica)
- Guantes para objetos calientes
- Equipo multiparamétrico (pH, conductividad, SDT)
- Bomba de vacío
- Turbidímetro
- Espectrofotómetro
- Estufa (Horno)
- Parrilla
- Balanza digital (0.1g)
- Balanza analítica
- Ácido clorhídrico
- Ácido sulfúrico
- Ácido acético
- Hidróxido de sodio
- Cloruro de calcio
- Carbonato de sodio

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	9/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Cloruro de sodio
- Fenolftaleína (solución indicadora)
- Indicador universal
- Agua destilada

## 5. Desarrollo

Establecer los requerimientos necesarios para el trabajo experimental asociado con la caracterización de las muestras de agua, de las cuales se determinarán algunas propiedades asociadas a su índice de calidad del agua “ICA”.

**Actividad 1: Aspectos generales de seguridad** (Procedimientos, hojas de seguridad de reactivos, uso de materiales frágiles y a altas temperaturas).

1. Dar a conocer los procedimientos generales en caso de presentarse un derrame de sustancias químicas.
2. Mostrar las hojas de seguridad de los reactivos a utilizarse a lo largo del curso.
3. Indicar los cuidados y consideraciones para la manipulación del material (cristalería).
4. Especificar las formas de trasladar y operar materiales y equipos con alta temperatura.

**Actividad 2: Tipos de materiales** (graduados, volumétricos e instrumentos).

1. Explicar las diferencias entre los materiales de cristalería con graduación con tolerancia y graduación ilustrativa.
2. Clasificar los materiales de acuerdo con la función de contención, manipulación y para preparación de soluciones de reactivo (volumétricos).

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	10/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

**Actividad 3: Tipos de equipos** (mediciones directas, indirectas, gravimétricas y equipos periféricos).

1. Mostrar y permitir la manipulación de equipos con los cuales se pueden obtener mediciones de manera directa (potenciómetro, multiparamétrico, turbidímetro y termómetro).
2. Mostrar y permitir la manipulación (de manera controlada) de equipos que proporcionen una lectura indirecta (espectrofotómetro).
3. Mostrar y permitir la manipulación de equipos que proporcionan mediciones gravimétricas, (balanza analítica y digital).
4. Mostrar y permitir la manipulación de equipos que sirven como periféricos (equipos alternos) para realizar los procedimientos analíticos (bomba, horno, parrilla e incubadora).

## 6. Análisis de resultados

Realizar un cuadro resumen para cada actividad (tres cuadros) con 3 a 5 ejemplos, considerando los aspectos más importantes (ejemplo: foto o dibujo, función e instrucciones de uso y cuidado) de cada una, el formato es libre con los siguientes títulos:

- Cuadro 1.1 Seguridad en el laboratorio
- Cuadro 1.2 Materiales e instrumentos (uso recomendado)
- Cuadro 1.3 Equipos de laboratorio

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	11/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 7. Conclusiones

Generar la conclusión correspondiente basada en la relación de los objetivos y resultados obtenidos.

## 8. Fuentes de consulta

Skoog, D., & West, D. (2014). Fundamentos de Química Analítica. Cengage Learning Editores.

Gary D. Christian, (2009) Química Analítica. Mc GrawHill.

## 9. Anexos

### Actividades Previas:

1. Revisar el siguiente video y considerando los conocimientos previos del reglamento de laboratorio, indicar cuáles recomendaciones son las que exactamente cómo alumnado tienes permitido realizar.

[Normas de seguridad en el laboratorio](#)

2. Revisar el siguiente video y anotar todas las observaciones desconocidas o no recordadas.

[Laboratorio N°1: Introducción a los materiales y mediciones - Parte 1](#)

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	12/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

# **Práctica 2: Parámetros físicos. Determinación de propiedades físicas del agua.**

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	13/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 1. Seguridad en la ejecución

	Peligro o Fuente de energía	Riesgo asociado
1	Bomba de vacío	Eléctrico
2	Turbidímetro	Daño a equipo/eléctrico
3	Colorímetro	Daño a equipo/eléctrico
4	Estufa (Horno)	Quemadura
5	Balanza analítica	Daño a equipo
6	Material roto	Cortaduras/derrames

### a. Equipo de protección personal



## 2. Objetivo de aprendizaje

Determinar los principales parámetros físicos del agua: Color, Turbiedad, Temperatura, Conductividad eléctrica, Sólidos Totales (ST), Sólidos Suspendedos Totales (SST) y Sólidos Disueltos Totales (SDT), para establecer su calidad.

## 3. Introducción

La contaminación hídrica es la presencia de componentes físicos, químicos, biológicos o de otra naturaleza en una densidad superior a la situación “natural”, de modo que no reúna las condiciones para el uso que se le hubiera destinado en ese

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	14/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

estado. Esta alteración en la calidad del agua se traduce en la existencia de microorganismos, metales pesados o sedimentos, haciendo que su consumo tenga efectos dañinos sobre la salud y el medio ambiente.

El agua es necesaria para cultivar y procesar alimentos, también brinda energía a la industria con el objeto de satisfacer a una población en constante crecimiento. La gestión inadecuada de las aguas residuales urbanas, industriales y agrícolas, conlleva a que el agua que beben millones de personas se vea peligrosamente contaminada químicamente. La contaminación del agua también provoca que parte de los ecosistemas acuáticos terminen desapareciendo, es por ello que se determinan algunos parámetros específicos (indicadores) para evaluar la calidad del agua.

#### Propiedades físicas del agua.

Es la única sustancia que se puede encontrar en los tres estados de la materia (líquido, sólido y gaseoso) de forma natural en la Tierra. El agua en su forma sólida (hielo), es menos densa que la líquida, por eso el hielo flota. No tiene color, sabor, ni olor. Su punto de congelación a una atmósfera de presión (nivel del mar) es 0 grados Celsius (°C), mientras que el de ebullición es 100 °C. El agua del planeta está “cambiando” constantemente y siempre está en movimiento (Ciclo hidrológico).

#### Color.

Las causas más comunes del color del agua son: la presencia de hierro y manganeso coloidal o en solución; el contacto del agua con desechos orgánicos,

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	15/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

hojas, madera, raíces, plancton, etc., en diferentes estados de descomposición, y la presencia de taninos, ácido húmico y algunos residuos industriales. Además el color natural en el agua existe principalmente por efecto de partículas coloidales cargadas negativamente; debido a esto, su remoción puede lograrse con ayuda de un coagulante de una sal de ion metálico trivalente como el  $Al^{+3}$  o el  $Fe^{+3}$

Dos tipos de color se reconocen en el agua: *el verdadero*, es decir el color de la muestra una vez que su turbiedad ha sido removida, y *el aparente* que incluye no solamente el color de las sustancias en solución y coloidales sino también el del material suspendido. El color aparente se determina sobre la muestra original sin filtración o centrifugación previa.

Turbiedad.

Es la expresión de la propiedad óptica de una muestra de agua que causa que los rayos de luz sean dispersados y absorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de ella, en el agua puede ser causada por la presencia de partículas suspendidas y disueltas, de gases, líquidos y sólidos, tanto orgánicos como inorgánicos, con una gama de tamaños desde el coloidal hasta partículas macroscópicas, dependiendo del grado de turbulencia. En lagos la turbiedad es debida a dispersiones extremadamente finas y coloidales, en los ríos, es debido a dispersiones normales. La eliminación o disminución de la turbiedad, se lleva a cabo mediante procesos de coagulación, sedimentación y filtración. La turbiedad es un parámetro de calidad del agua útil para determinar el tipo de potabilización requerida, ya que comúnmente la turbiedad se utiliza para cuantificar la eficiencia en el proceso de coagulación – floculación.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	16/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

### Temperatura.

La determinación exacta de la temperatura es importante para el análisis de laboratorio y la caracterización de diferentes procesos de tratamiento, puesto que, muchos fenómenos que ocurren en el agua se relacionan con la temperatura, por ejemplo: el grado de saturación de oxígeno disuelto “OD” y la actividad biológica.

La temperatura debe tomarse en el sitio de muestreo. Normalmente, la determinación de la temperatura se hace con un termómetro, este debe sumergirse en el agua, preferiblemente con el agua en movimiento o en una zona completamente mezclada, y la lectura debe hacerse después de la estabilización del valor de lectura; no se desestima el uso de termómetros digitales para realizar mediciones, sin embargo, hay que considerar la sensibilidad del instrumento.

### Conductividad eléctrica.

La conductividad eléctrica del agua es una expresión numérica de su habilidad para transportar una corriente eléctrica, depende de la concentración total de sustancias disueltas ionizadas y de la temperatura a la cual se haga la determinación. Por lo tanto, cualquier cambio en la cantidad de sustancias disueltas, en la movilidad de los iones disueltos y en su valencia implica un cambio en la conductividad. En el análisis de aguas el valor de conductividad sirve para realizar una estimación rápida del contenido de sales disueltas, por lo que existen equivalencias que pueden obtenerse directamente de los instrumentos de medición.

### Sólidos en el agua.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	17/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

Incluye toda la materia sólida. En ingeniería ambiental es necesario medir la cantidad del material sólido contenido en una gran variedad de sustancias líquidas y semilíquidas como: agua potable, aguas contaminadas, aguas residuales, residuos industriales, incluyendo los lodos producidos en los procesos de tratamiento.

#### Sólidos Totales.

Se definen como la materia que permanece como residuo después de la evaporación y secado a 103°C. El valor de los sólidos totales incluye material orgánico (volátil) e inorgánico (fijo), disuelto y suspendido (de acuerdo al tamaño de filtro utilizado). Para su determinación, la muestra se evapora en una cápsula a peso constante previamente pesada, sobre un baño María, y luego se seca a 103 – 105 °C en un horno. El incremento de peso, con respecto al peso inicial, dividido entre el volumen de la muestra, representa el contenido de sólidos totales y se informa en unidades de mg/L.

Se le denomina \*peso constante al peso de un material que después de haber sido sometido a tratamiento de secado no varíe en más de 0,0005 g entre al menos dos pesadas.

En la Figura 2.1 se presenta el esquema de la continuidad de las cápsulas con muestra para la determinación de los sólidos totales (y sólidos disueltos), y la ecuación “general” para determinar los sólidos en la muestra se observa en la ecuación 2.1.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	18/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

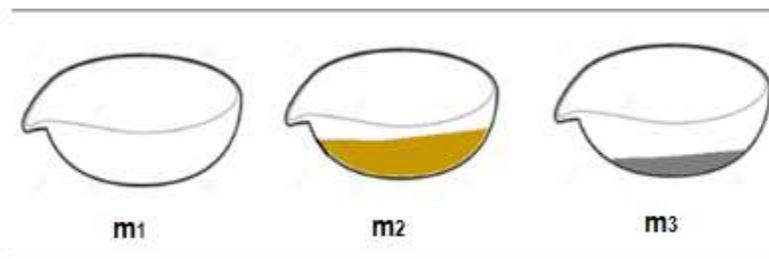


Figura 2.1 Representación de las cápsulas para análisis de sólidos totales

$$ST = \frac{(m_3 - m_1)}{v} \times 10^6 \text{ (ec 2.1)}$$

- m<sub>1</sub>. Masa de la cápsula vacía (a peso constante) en gramos
- m<sub>2</sub>. Masa de la cápsula con muestra húmeda en gramos
- m<sub>3</sub>. Masa de la cápsula con muestra seca (105°C) en gramos
- v. Volumen de la muestra en mililitros mL

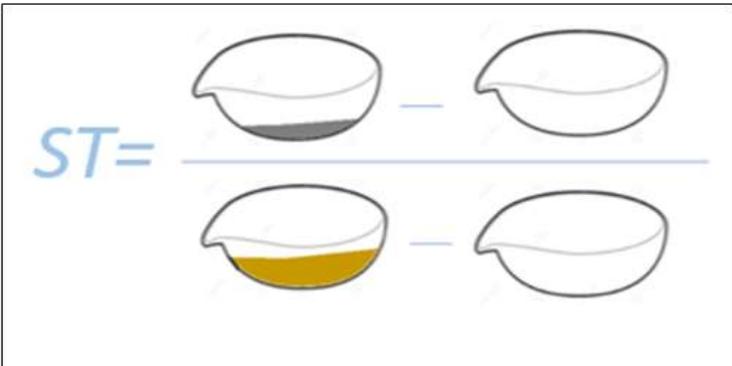


Figura 2.2 Representación de la ecuación para la determinación de sólidos totales

(ST)

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	19/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

De acuerdo con la clasificación de tamaño, después de filtrar la muestra a través de un filtro de asbesto o fibra de vidrio, los sólidos pueden ser disueltos y suspendidos, siendo los primeros el material soluble y los suspendidos el material sedimentable y coloidal retenido por el filtro, ambos constituidos por materia orgánica e inorgánica, que para conocer esta, se lleva a cabo el secado a diferentes temperaturas y así determinar el contenido total de sólidos disueltos totales volátiles, sólidos disueltos totales fijos, sólidos suspendidos totales volátiles y sólidos suspendidos totales fijos.

#### *Sólidos Disueltos.*

También llamados residuos filtrables, son determinados directamente o por diferencia entre los sólidos suspendidos y los sólidos totales. Si la determinación es directa, se filtra la muestra a través de un filtro de asbesto o de fibra de vidrio, en un filtro Gooch; el filtrado se evapora en una cápsula de peso conocido sobre un baño María y el residuo de la evaporación se seca a 103 – 105°C. El incremento de peso sobre el de la cápsula vacía dividido entre el volumen de muestra, representa los sólidos disueltos o residuo filtrable y se informa en unidades de mg/L.

#### *Sólidos Suspendidos.*

También denominados residuo no filtrable o material no disuelto, son determinados por filtración a través de un filtro de asbesto o de fibra de vidrio, en un filtro Gooch previamente pesado. El Filtro con su contenido se seca a 103 – 105°C; el incremento de peso sobre el peso inicial, dividido entre el volumen de muestra, representa el contenido de sólidos o residuos no filtrables, y se informa en mg/L.

#### **4. Material, equipo y reactivos**

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	20/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Colorímetro
- Turbidímetro
- Celdas para turbidímetro
- Celdas para colorímetro
- Termómetro
- Agua destilada
- Bomba de vacío
- Estufa (Horno), para operar de 103°C a 105°C
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
- Cápsulas de porcelana
- Desecador, provisto con un desecante que contenga un indicador colorido de humedad
- Crisol (Filtro) Gooch de poro fino
- Adaptador de hule para el equipo de filtración
- Matraz Kitazato
- Filtro de fibra de vidrio de tamaño adecuado al crisol Gooch utilizado con una porosidad de 2 µm o menor
- Pinzas para crisol
- Pinzas de disección
- Guantes para protección al calor
- Vasos de precipitado de 250 mL
- Vasos de precipitado de 100 mL
- Probetas de 25 mL
- Piseta
- Equipo multiparamétrico
- Parrilla de calentamiento

## 5. Desarrollo

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	21/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## **Propiedades físicas (organolépticas).**

### **Actividad 1 Color aparente**

1. Conectar y encender el colorímetro, insertar el disco con la escala de color en la posición que corresponde (ver ejemplo del docente).
2. Colocar hasta la línea de aforo, el agua de muestra en una de las celdas del colorímetro.
3. Con ayuda de una piseta, llenar con agua destilada la otra celda hasta la marca de aforo.
4. Introducir en la caja del colorímetro las celdas; colocando en el orificio interno (izquierdo) la que contiene la muestra y en el externo (derecha) la que contiene agua destilada.
5. Verificar que el sitio donde se hará la lectura, se encuentre bien iluminado.
6. Girar el disco del aparato hasta que ambas celdas tengan un color similar y tomar la lectura en la parte inferior del disco.

\* En caso de tener más muestras, repetir los pasos del tres al seis, utilizando siempre la misma celda. Si es necesario, enjuagar previamente la celda con agua destilada entre cada medición.

### **Actividad 2 Turbiedad**

1. Encender el aparato 15 minutos previos a su uso para calentamiento.
2. Colocar agua de muestra en una celda para turbidímetro, aproximadamente al 75% de la capacidad de la celda.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	22/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

3. Toda celda que se introduce al turbidímetro, debe limpiarse con una tela especial, para evitar el sesgo de la lectura debido a la grasa de las manos o el escurrimiento de la muestra al momento del vaciado.
4. Sostener la celda de la parte superior, evitando el contacto con la parte inferior; introducir la celda en el porta celda del turbidímetro y cerrar la tapa del equipo, para evitar la entrada externa de luz.
5. Dejar estabilizar el equipo por 15 segundos.
6. Tomar la lectura correspondiente al valor de turbiedad, en UNT.
7. Elaborar una tabla con los resultados, ejemplo en Tabla 2.1.

\* En caso de tener más muestras, repetir los pasos dos al seis, utilizando siempre la misma celda. Es necesario enjuagar previamente la celda con agua destilada entre cada medición.

Tabla 2.1. Ejemplo de tabla de resultados de la medición de color y turbiedad.

<b>Características físicas</b>	<b>Color (UC)</b>	<b>Turbiedad (UNT)</b>
Muestra 1		
Muestra 2		
Muestra (n)		

### **Propiedades físicas (asociadas al medio)**

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	23/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

### Actividad 3 Temperatura y Conductividad eléctrica

El equipo multiparamétrico determina directamente los parámetros como conductividad eléctrica, temperatura y sólidos disueltos (también puede medir el pH); es un aparato electrónico que consta de un electrodo de conductividad (celda), un termopar y un electrodo de pH; al introducirlo en la muestra nos proporciona las lecturas de dichos parámetros con solo seleccionar el botón selector, mostrando en la pantalla digital la lectura con sus respectivas unidades.

#### Modo de uso

1. En un vaso de precipitados, colocar agua de muestra de tal forma que sea suficiente para la sumergencia del electrodo.
2. Sumergir el electrodo del equipo multiparamétrico hasta donde se indique, colocándolo en una posición centrada. Es importante cuidar que no se tenga adherencia de burbujas de aire y que no se produzca contacto con las paredes o el fondo del vaso.
3. Encender el equipo y seleccionar con el botón, el parámetro de interés.
4. Esperar a que se estabilice el equipo y tomar la lectura.
5. Para la siguiente lectura, seleccionar el parámetro indicado y repetir el paso número cuatro.
6. Retirar el electrodo y enjuagar con agua destilada. Entre cada medición es importante enjuagar muy bien el electrodo previo a su uso en la siguiente muestra.
7. Elaborar una tabla con los resultados, tomando como ejemplo la Tabla 2.2.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	24/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

Tabla 2.2. Ejemplo de tabla de resultados de temperatura y conductividad eléctrica.

Características físicas	Temperatura (°C)	Conductividad eléctrica (µs/cm)
Muestra 1		
Muestra 2		
Muestra (n)		

#### **Actividad 4 Determinación de sólidos: sólidos totales, sólidos suspendidos, sólidos disueltos (gravimetría)**

##### Sólidos totales

1. Con ayuda de las pinzas para crisol, tomar del desecador una cápsula de porcelana a \*peso constante, registrar su peso ( $m_0$ ) utilizando la balanza analítica.
2. Medir 20 mL de agua de muestra con una probeta.
3. Colocar la cápsula en baño María (con agua de la llave y a temperatura constante, sin salpicar agua o que se pueda voltear la cápsula) y añadir los 20 mL de agua de muestra en la cápsula para que el calor evapore el agua de muestra dejando únicamente los sólidos contenidos en el agua, este proceso tardará aproximadamente 1 hora.
4. Una vez seca la cápsula de porcelana, (con ayuda de las pinzas y el desecador) introducirla dentro del horno durante al menos una hora a una temperatura de entre 103-105 °C, para que pierda totalmente la humedad que se encuentra en la cápsula, pasado ese tiempo sacar la cápsula del

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	25/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

horno (con ayuda de las pinzas) y colocar dentro del desecador, dejar enfriar por 15 minutos.

5. Volver a pesar la cápsula (ya fría) en la balanza analítica ( $m_3$ ), y de la diferencia de pesos final e inicial, dividida entre el volumen de la muestra analizada, obtener los sólidos totales en [mg/L]. Utilizar la ecuación 2.1
6. Elaborar un registro de resultados tomando como ejemplo la tabla 2.3.

### Sólidos suspendidos

1. Con ayuda de las pinzas para crisol, tomar del desecador un filtro Gooch a \*peso constante, colocar el papel filtro, registrar su peso ( $m_1$ ) determinado en la balanza analítica.
2. Armar el dispositivo de filtración:
  - a. Conectar un matraz Kitasato a una bomba de vacío.
  - b. Colocar el conector y sobre éste colocar el filtro Gooch.
3. Medir 20 mL de agua de muestra con ayuda de una probeta.
4. Encender la bomba de vacío del dispositivo de filtración y añadir la muestra, dejar filtrar hasta que se perciba que el líquido ya no está presente en el filtro Gooch.
5. Introducir el filtro Gooch (con ayuda de las pinzas y un desecador) dentro del horno durante una hora a una temperatura de entre 103 y 105 °C, para que pierda totalmente la humedad que se encuentra en el filtro Gooch, pasado ese tiempo, sacar (con ayuda de las pinzas) y dejar enfriar en el desecador por aproximadamente 15 min.
6. Pesar el filtro Gooch (ya frío) en la balanza analítica ( $m_3$ ), y de la diferencia de pesos final e inicial, dividida entre el volumen de la muestra analizada,

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	26/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

obtener los sólidos suspendidos en [mg/L], Utilizar la ecuación 2.1 y reportar como SST.

7. Elaborar un registro de resultados tomando como ejemplo la tabla 2.3.

### Sólidos disueltos

1. Medir con una probeta el volumen de muestra filtrada que se encuentra en el matraz Kitasato (proveniente de la prueba de sólidos suspendidos y registrar el valor).
2. Con ayuda de las pinzas para crisol, tomar del desecador una cápsula de porcelana a peso constante y registrar su peso ( $m_1$ ) utilizando la balanza analítica.
3. Con ayuda de las pinzas para crisol, colocar la cápsula en baño María, y verter la muestra filtrada para que el calor evapore el agua de muestra dejando únicamente los sólidos contenidos en el agua después del filtrado, esto tardará aproximadamente 1 hora.
4. Una vez seca la cápsula de porcelana (con ayuda de las pinzas para crisol), introducirla dentro del horno durante una hora a una temperatura entre 103-105 °C, para que pierda totalmente la humedad, pasado este tiempo sacar la cápsula y dejarla enfriar dentro del desecador por 15 minutos aproximadamente.
5. Volver a pesar la cápsula en la balanza analítica ( $m_3$ ), y de la diferencia de pesos final e inicial, dividida entre el volumen de la muestra analizada, obtener los sólidos disueltos en [mg/L], Utilizar la ecuación 2.1 y reportar como SDT.
6. Elaborar un registro de resultados tomando como ejemplo la tabla 2.3.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	27/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

Tabla 2.3. Resultados de la medición de Sólidos totales, suspendidos y disueltos.

Características físicas	Sólidos totales (mg/L)	Sólidos suspendidos (mg/L)	Sólidos disueltos (mg/L)
Muestra 1			
Muestra 2			
Muestra (n)			

## 6. Análisis de resultados

- Con ayuda de las tablas sugeridas, realizar un cuadro resumen de los resultados de las cuatro actividades y establecer la relación entre las características determinadas en la muestra de agua y su “calidad”.
- ¿Los valores obtenidos son congruentes con respecto a la normativa aplicable?.
- ¿Cuál es la relación de la turbiedad con los sólidos suspendidos y de la conductividad eléctrica con los sólidos disueltos? Justifica tu respuesta.

## 7. Conclusiones

Generar la conclusión correspondiente basada en la relación de los objetivos y resultados.

## 8. Fuentes de consulta

(<https://www.gob.mx/conagua/articulos/las-propiedades-del-agua?idiom=es>)

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	28/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

CONAGUA.NMX-AA-007-SCFI-2013."Análisis de agua – Medición de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - método de prueba.

CONAGUA. NMX-AA-017-1980. Aguas - determinación de color.

CONAGUA. NMX-AA-034-SCFI-2015 "Análisis de agua - determinación sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

CONAGUA. NMX-AA-038-SCFI-2001 "Análisis de agua – determinación de turbiedad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- método de prueba.

CONAGUA. NMX-AA-045-SCFI-2001 "Análisis de agua -determinación de color platino cobalto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

CONAGUA. NMX-AA-093-SCFI-2000 "Análisis de agua - determinación de la conductividad electrolítica- método de prueba.

## 9. Anexos

Los siguientes enlaces contienen las secuencias experimentales para la determinación de los parámetros que se describieron en el desarrollo de la práctica, pueden servir como una referencia previa a la realización.

Color [Análisis o determinación de color a una muestra de agua en el laboratorio](#) (a partir de minuto 3:00)

Turbidez o turbiedad: [Lab. Potabilización / Determinación de turbiedad](#)

Conductividad y temperatura [HI98129 pH - Conductividad -TDS Tester - kit agua y suelo](#)

Sólidos totales, suspendidos y disueltos [Determinación de sólidos en agua | UPV](#)

Lectura recomendada para identificar otros métodos para caracterización física.

<https://www.scielo.sa.cr/pdf/rge/n62/2215-2563-rge-62-33.pdf>

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	29/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## Práctica 3: Determinación del pH, Alcalinidad y Dureza del agua.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	30/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 1. Seguridad en la ejecución

	Peligro o Fuente de energía	Riesgo asociado
1	Balanza analítica	Daño a equipo
2	Equipo multiparamétrico	Daño a equipo
3	Material roto	Cortaduras/derrames

### a. Equipo de protección personal



## 2. Objetivo de aprendizaje

Determinar el pH, la alcalinidad y la dureza (total y de calcio), en una muestra de agua, para establecer la concordancia de los resultados con la fuente de la que se obtuvo la muestra.

## 3. Introducción

### Potencial de hidrógeno, pH

La intensidad de acidez o basicidad de una muestra se mide en la escala de pH, que en realidad mide la concentración de iones de hidrógeno presentes, el pH determina muchas reacciones químicas y biológicas que normalmente se restringe a una escala bastante estrecha de pH entre 6 y 8.

Las aguas muy ácidas o muy alcalinas son indeseables debido a que son corrosivas, incrustantes o presentan dificultades en su tratamiento.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	31/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

El agua está ionizada débilmente (ecuación 3.1):



Su constante de disociación será (ecuación 3.2):

$$K_w = \frac{(H^+)(OH^-)}{H_2O} \dots \text{ec 3.2}$$

Ya que sólo cerca de  $10^{-7}$  en términos de concentraciones molares de  $[H^+]$  y  $[OH^-]$  están presentes en equilibrio, se puede tomar,  $[H_2O]$  como la unidad (ecuación 3.3).

$$K_w = \frac{(1 \times 10^{-7})(1 \times 10^{-7})}{1} \dots \text{ec 3.3}$$

El agua pura tiene como producto iónico:

$$[H^+][OH^-] = K = 1 \times 10^{-14} \frac{\text{mol}}{L} \text{ a } 25^\circ C$$

Esta relación debe satisfacerse para todas las soluciones acuosas diluidas, la naturaleza ácida o básica de la solución se puede especificar por un parámetro: la concentración de los iones hidrógeno (pH). Dado que las concentraciones de los iones  $H^+$  y  $OH^-$  son a menudo números muy pequeños y por tanto inconvenientes para trabajar con ellos, el Bioquímico Danes, Soren Peer Lauritz Sorensen, propuso en 1909 una medida más práctica basada en la función pH (ecuación 3.4).

$$pH = -\log_{10}[H^+] = \log_{10} \frac{1}{[H^+]} \dots \text{ec 3.4}$$

Lo que resulta en una escala de 0 a 14 con 7 como neutralidad, siendo ácido por debajo de 7 y básico o alcalino por arriba de 7.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	32/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## Alcalinidad

La alcalinidad, no sólo representa el principal sistema amortiguador del agua dulce, sino que también desempeña un rol principal en la productividad de cuerpos de agua naturales y un impedimento en la productividad agrícola, ya que evita la absorción de nutrientes; se define como la capacidad de neutralizar ácidos debida principalmente a la presencia de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, en ocasiones a boratos, fosfatos y silicatos que pueden estar también disueltos en el agua, dado que la alcalinidad de aguas superficiales está determinada generalmente por el contenido de carbonatos ( $\text{CO}_3^{2-}$ ), bicarbonatos ( $\text{HCO}_3^-$ ) e hidróxidos ( $\text{OH}^-$ ), ésta se toma como un indicador de dichas especies iónicas, por lo que se considera particularmente importante cuando hay gran actividad fotosintética de algas o cuando hay descargas industriales en un cuerpo de agua.

Como indicadores químicos coloridos para la determinación de alcalinidad se usan la fenolftaleína y el anaranjado de metilo, entre otros; la fenolftaleína da un color rosado a pH mayor a 8.3 y vira incolora para pH menor a 8.3; el anaranjado de metilo es de color amarillo en presencia de valores de pH mayores de 4.5, y vira a color “canela” en condiciones ácidas. La alcalinidad se expresa como la concentración equivalente de iones hidroxilo, en mg/L, o como la cantidad equivalente de  $\text{CaCO}_3$  en [mg/L], de acuerdo a los valores se puede caracterizar en los intervalos de la Tabla 3.1

**Tabla 3.1 Intervalos de alcalinidad.**

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	33/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

Característica con respecto al valor	Alcalinidad mg/L CaCO <sub>3</sub>
Mínimo aceptable	20
Pobrementemente amortiguadas	20 a 25
Moderadamente amortiguadas	25 a 75
Muy amortiguadas	>75

### **Dureza**

El agua cruda extraída de cierta fuente, superficial o subterránea, de procesos industriales e incluso de servicio puede contener partículas de sales minerales disueltas y no disueltas, lo cual puede dificultar su potabilización. La dureza en el agua se debe principalmente a la presencia de iones de calcio o magnesio contenidos en cloruros, sulfatos, bicarbonatos y carbonatos que pueden reaccionar con el jabón para formar precipitados y con los aniones para formar incrustaciones (escamas) que generan fallas y pérdidas de eficiencia en diferentes procesos industriales (textil, bebidas, alimentos, etc). A los iones que se encuentran en carbonatos y bicarbonatos se les llama "dureza de carbonatos"; los que se encuentran en otros son llamados "dureza de no carbonatos". La dureza total se expresa en mg/L de carbonato de calcio (CaCO<sub>3</sub>) y se mide aplicando el principio de formación de compuestos de coordinación; uno de los agentes quelantes más comunes usados en la química analítica es el ácido etilendiaminotetracético

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	34/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

(EDTA), mostrado en la figura 3.1, que forma complejos de dureza no coloreados, por lo que se requiere agregar un agente quelante adicional (indicador) para facilitar la detección del punto final a un pH de 10.

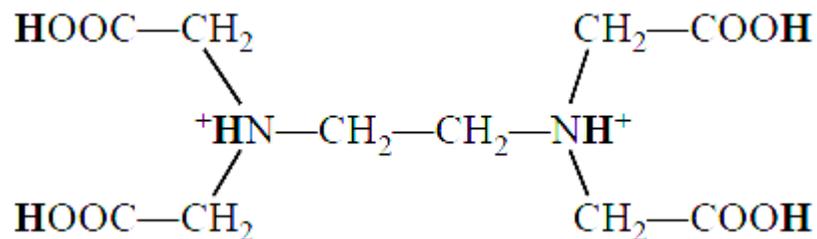


Figura 3.1 Estructura del EDTA, los átomos de H ácidos se indican en negritas.

Con esta valoración directa se obtiene la dureza total (la suma de dureza de magnesio y dureza de calcio). El indicador utilizado en esta determinación es el negro de eriocromo T o NET, este unido al magnesio forma un complejo de color rojo, conforme se va agregando el titulante, se forma el complejo de EDTA + Ca<sup>2+</sup> y después se une el EDTA con el Mg<sup>2+</sup> unido al NET, con lo que el NET en solución toma un color azul. Todas estas relaciones se llevan a cabo con un pH de 10, como se muestra en la figura 3.2.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	35/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

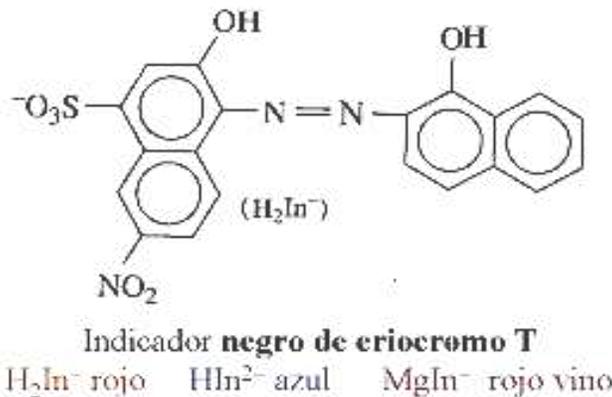


Figura 3.2 Estructura del Negro de Eriocromo T, (colores de acuerdo a compuestos de coordinación).

En la determinación de calcio, la solución se lleva a un pH de 12 y el indicador es la murexida (sal amónica de la purpurina) cuya estructura se muestra en la figura 3.3. El vire es de rosa a violeta.

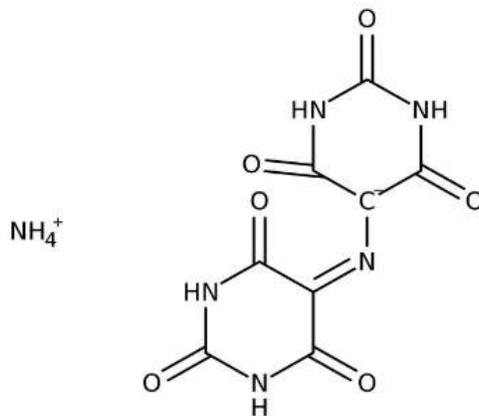


Figura 3.3. Indicador Murexida.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	36/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

De acuerdo con los intervalos de dureza las aguas se pueden caracterizar como se muestra en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.2 Intervalos de Dureza.**

Característica	Intervalo de Dureza mg/L CaCO <sub>3</sub>
Blandas	0 a 75
Moderadas	75 a 150
Duras	150 a 300
Muy duras	>300

#### 4. Materiales, equipo y reactivos

- Bureta de 25 mL
- Soporte universal y varilla
- Pinza para bureta
- Vaso de precipitados de 50 mL
- Vaso de precipitados de 1L
- Matraces ErlenMeyer 250 mL
- Probeta 100 mL
- Probeta 50 mL
- Pipeta graduada 2 mL
- Propipeta
- Charolas de aluminio
- Espátulas
- Piseta
- Disolución de ácido sulfúrico 0.02N

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	37/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Disolución de Indicador de fenolftaleína
- Disolución de Indicador de anaranjado de metilo
- Disolución de tiosulfato de sodio (0.1 M)
- Agua destilada
- Balanza
- Potenciometro (multiparamétrico)
- Solución Buffer de amonio
- Disolución de hidróxido de sodio 1.0N
- Disolución de EDTA 0.01 M
- Indicador de negro de eriocromo T
- Indicador Murexida
- Tiras de papel pH

## 5. Desarrollo

### Actividad 1 Determinación de pH.

#### Modo de uso

1. En un vaso de precipitados, colocar agua de muestra de tal forma que sea suficiente para la sumergencia del electrodo.
2. Sumergir el electrodo del equipo multiparamétrico hasta donde se indique por el profesor, colocándolo en una posición centrada. Es importante cuidar que no se tenga adherencia de burbujas de aire y que no se produzca contacto con las paredes o el fondo del vaso.
3. Encender el equipo y seleccionar el botón con el parámetro pH.
4. Esperar a que se estabilice el equipo y tomar la lectura.
5. Retirar el electrodo y enjuagar con agua destilada. Entre cada medición es importante enjuagar muy bien el electrodo previo a su uso en la siguiente muestra.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	38/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## Actividad 2 Determinación de la alcalinidad.

Nota: En caso de sospecha por presencia de cloro residual, eliminar la interferencia añadiendo 0.1 mL de la disolución de tiosulfato de sodio 0.1 M

1. Medir 100 mL de la muestra de agua con la ayuda de la probeta.
2. Verter la muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
3. Agregar 2 gotas de fenolftaleína. Si la muestra cambia de color seguir con el punto 4, si no realizar el punto 5.
4. Titular con ácido sulfúrico 0.02 N hasta que la muestra vire por efecto de la fenolftaleína (de rosa a incolora) registrar los mililitros de ácido sulfúrico utilizados (alcalinidad a la fenolftaleína, AF).
5. Agregar 2 gotas de anaranjado de metilo a la muestra (se tornará amarilla).
6. Titular con ácido sulfúrico 0.02 N, hasta que la muestra vire a color “canela” y registrar los mililitros de ácido sulfúrico utilizados.
7. Para obtener la alcalinidad total de acuerdo con la norma NMX-AA-036-SCFI-2001, utilice la siguiente expresión:

$$AT \left[ \frac{mg \text{ CaCO}_3}{L} \right] = \frac{A \times N}{V} \times 50 \times 1000 \dots ec 3.5$$

Donde:

- A= Volumen utilizado de ácido sulfúrico [mL]
- N= Concentración del ácido sulfúrico [N]
- V= Volumen de la muestra [mL]
- 50=factor de conversión [eq/L] a [mg CaCO<sub>3</sub>/L]
- 1000=factor de conversión [mL-L]

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	39/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

8. Para las diferentes muestras registrar en una tabla los siguientes datos:

- Volumen en mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> empleado para alcanzar el vire con la fenolftaleína y/o con el anaranjado de metilo.
- Valor de alcalinidad a la fenolftaleína.
- Valor de alcalinidad total.

9. Determinar las concentraciones de OH<sup>-</sup>, CO<sub>3</sub>, HCO<sub>3</sub> de acuerdo con la tabla 3.3.

Tabla 3.3 Relaciones de alcalinidad.

Relación	Condición	Valores de alcalinidad			
		OH <sup>-</sup>	CO <sub>3</sub>	HCO <sub>3</sub>	TOTAL
F=M	OH <sup>-</sup>	F=M	0	0	M
F>M/2	OH <sup>-</sup> y CO <sub>3</sub>	2F-M	2(M-F)	0	M
F=M/2	CO <sub>3</sub>	0	2F=M	0	M
F<M/2	CO <sub>3</sub> y HCO <sub>3</sub>	0	2F	M-2F	M
F=0	HCO <sub>3</sub>	0	0	M	M

Fuente: "Calidad del Agua" de Jairo Alberto Romero Rojas

En donde:

F = Alcalinidad a la fenolftaleína en mg CaCO<sub>3</sub>/L.

M = Alcalinidad al anaranjado de metilo en mg CaCO<sub>3</sub>/L.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	40/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

### Actividad 3 Determinación de Dureza total y de calcio.

#### Dureza total

1. Medir 50 mL de la muestra de agua con la ayuda de una probeta.
2. Verter la muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
3. En una charola de aluminio pesar aproximadamente 0.2 g del indicador Negro de eriocromo T (utilizando la balanza).
4. Agregar con una pipeta graduada 2 mL de solución buffer de amonio al matraz y verificar con tiras de papel pH que el valor sea aproximadamente de 10.
5. Añadir el indicador previamente pesado al matraz y agitar cuidadosamente hasta que se haya disuelto por completo, en presencia de dureza la muestra se tornará de un color vino rojizo.
6. Titular con la solución de EDTA 0.01M agitando suavemente hasta el cambio de color de vino rojizo a azul intenso.
7. Registrar los mL gastados de la solución de EDTA.
8. Para obtener la dureza total de acuerdo con la norma NMX-AA-072-SCFI-2001, utilice la siguiente expresión:

$$Dureza \left[ \frac{mg \text{ CaCO}_3}{L} \right] = \frac{A \times C \times 1000}{D} \dots \text{ec 3.6}$$

Donde:

- A= Volumen utilizado de EDTA [mL]
- C= mg de  $\text{CaCO}_3$ / L equivalentes a 1 mL de EDTA, (1 cuando la M es 0.01)
- D= Volumen de muestra [mL]

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	41/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

### **Dureza de Calcio.**

1. Medir 50 mL de la muestra de agua con la ayuda de la probeta.
2. Verter la muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
3. En una charola de aluminio pesar aproximadamente 0.2 g del indicador murexida (utilizando la balanza).
4. Agregar con una pipeta graduada 2 mL de hidróxido de sodio y verificar con tiras de papel pH que el valor sea aproximadamente 12.
5. Añadir el indicador previamente pesado al matraz y agitar cuidadosamente hasta que se haya disuelto por completo, en presencia de dureza de calcio la muestra se tornará rosa.
6. Titular con la solución de EDTA 0.01M agitando suavemente hasta el cambio de color rosa a violeta.
7. Registrar los mL gastados de la solución de EDTA.
8. Para obtener la dureza de calcio es posible utilizar la misma expresión que para la dureza total (ecuación 3.6).

### **6. Análisis de resultados**

- Generar un cuadro resumen de los resultados de cada determinación, cuidar el uso de unidades y la correcta identificación de la muestra.
- Considerando el parámetro de la alcalinidad, ¿Cuál es la diferencia con respecto al pH?
- Con respecto a la dureza mencionar:

¿Cuáles serían los resultados si el pH de las muestras es resistente a las soluciones amortiguadoras?

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	42/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

¿Cuáles son los errores que se pueden cometer al realizar esta determinación?

## 7. Conclusiones

Generar la conclusión correspondiente basada en la relación entre los objetivos y los resultados obtenidos.

## 8. Fuentes de consulta

APHA (American Public Health Association). (2003). Standard methods for examination of water and wastewater. 20th Ed. Washington DC, USA. 3500-Ca-b  
CONAGUA, NMX-AA-036-SCFI-2001 Análisis de agua - Determinación de acidez y alcalinidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de prueba.  
CONAGUA. NMX-AA-072-SCFI-2001. Análisis de agua - Determinación de la dureza total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de prueba.

Skoog, D., & West, D. (2014). Fundamentos de Química Analítica. Cengage Learning Editores.

## 9. Anexos

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	43/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

### Actividades previas

1. Revisar el siguiente material para familiarizarse con los vires de la técnica de alcalinidad utilizado el anaranjado de metilo. [Práctica 7. Determinación de alcalinidad en una muestra de agua.](#)
2. Revisar el siguiente material para familiarizarse con los vires de la técnica de dureza total. [07- Determinación de dureza total](#)
3. Revisar el siguiente material para familiarizarse con los vires de la técnica de dureza de calcio a partir del minuto 3:01. [Práctica no.9: Determinación de la dureza total y la dureza del calcio](#)

Lectura recomendada sobre aplicaciones de la determinación de dureza y su tratamiento en el campo petrolero. <http://www.scielo.org.co/pdf/teclo/v23n49/2256-5337-teclo-23-49-140.pdf>

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	44/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

# Práctica 4: Determinación de Nitrógeno de Nitratos en agua.

## 1. Seguridad en la ejecución

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	45/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

	<b>Peligro o Fuente de energía</b>	<b>Riesgo asociado</b>
1	Espectrofotómetro	Daño al equipo/eléctrico
2	Material roto	Cortaduras/derrames

#### a. Equipo de protección personal



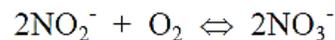
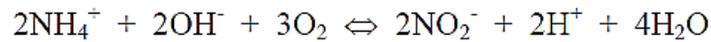
## 2. Objetivo de aprendizaje

Determinar la presencia de nitratos en una muestra de agua, y la concordancia de los resultados con la información de la procedencia de la muestra.

## 3. Introducción

El nitrato es una de las formas de nitrógeno de mayor interés en las aguas naturales, residuales y residuales tratadas, el nitrógeno de nitratos se encuentra en su estado más oxidado y se debe a la acción de las bacterias autótrofas nitrificantes de los géneros *Nitrobacter*, *Nitrospira* y *Nitrocystis* que se derivan de la descomposición natural, de materiales nitrogenados orgánicos como las proteínas de las plantas, animales y excretas de animales. El ion amonio formado se oxida a nitritos y después a nitratos según un proceso de oxidación biológica (nitrificación) en dos fases:

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	46/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			



El nitrato se presenta generalmente a nivel de trazas en el agua de superficie, pero puede alcanzar niveles elevados en las aguas subterráneas. El problema con los nitratos, es que son contaminantes móviles en el agua subterránea que no son adsorbidos por los materiales del acuífero y no precipitan como un mineral. Estos dos factores, permiten que grandes cantidades de nitrato disuelto permanezcan en el agua subterránea y que en las aguas de algunos pozos al encontrarse en cantidades apreciables, sea indeseable desde el punto de vista sanitario ya que se considera un componente químico patógeno. Debido a su naturaleza soluble, los nitratos tienden a viajar grandes distancias en la subsuperficie, específicamente en sedimentos altamente permeables o rocas fracturadas, por lo tanto pueden llegar a emerger en las aguas superficiales. El nitrógeno es un nutriente vital para las plantas, quienes lo utilizan en la síntesis de proteínas para su crecimiento. Los fertilizantes nitrogenados aportan el nitrógeno necesario y a su vez, algunos de ellos son fuentes importantes de nitratos, dando lugar a través de su uso a un incremento de la presencia y concentración de éste en el medio, por lo que una vez que se evidencia la presencia de concentraciones elevadas de nitrato en el agua subterránea y superficial es preciso realizar acciones asociadas con su procedencia por fuentes artificiales (fertilizantes) en el suelo.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	47/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

#### 4. Materiales, equipo y reactivos

##### Método de espectrofotometría ultravioleta

- Ácido clorhídrico 1N
- Agua destilada
- Solución patrón de nitrato 10 mg/L
- Espectrofotómetro UV-VIS
- Bomba de vacío
- Celdas de cuarzo de 1 cm de paso óptico de luz.
- Papel filtro poro fino (1-2 $\mu$ m)
- Filtro de membrana 0.45  $\mu$ m
- Matraz kitazato
- Matraces aforados de 50 mL
- Vasos de precipitados de 100 mL
- Vasos de precipitados de 250 mL
- Vasos de precipitados de 1L
- Pipetas volumétricas (1, 3, 4, 10, 15, 20 y 30 mL) o equivalentes
- Probetas de 50 mL
- Pipetas graduadas de 1mL
- Pipeta pasteur de plástico
- Propipetas

#### 5. Desarrollo

##### Actividad 1 Curva de calibración.

Preparar las siguientes diluciones estándar de acuerdo con la Tabla 4.1, para obtener los puntos de la curva de calibración.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	48/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

Tabla 4.1 Disoluciones estándar para análisis de nitrato

Estándar	Volumen (mL) de disolución Patrón (concentración N-NO <sub>3</sub> 10 mg/L)	Concentración final N-NO <sub>3</sub> (mg/L)
Blanco	0	0
1	1	0.2
2	3	0.6
3	7	1.4
4	10	2.0
5	15	3.0
6	20	4.0
7	30	6.0
8	35	7.0

- Tomar una alícuota del volumen señalado en la tabla 4.1 con una pipeta volumétrica o las necesarias para llegar al volumen indicado y transferir a un matraz volumétrico de 50 mL, aforar con agua destilada y rotular adecuadamente.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	49/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## Actividad 2 Lectura de estándares y muestra.

### Estándares:

1. Tomar 50 mL de la disolución estándar
2. Transferir a un vaso de precipitados de 100 mL
3. Añadir 1 mL de solución de HCl 1N y agitar vigorosamente
4. Proceder con la lectura de las absorbancias para la curva de calibración (a las dos longitudes de onda 220 nm y 275 nm), ésta última para determinar interferencias debidas a materia orgánica. Comenzar con el blanco para establecer la línea base
5. Registrar los resultados.

### Muestras:

1. Tomar 50 mL de muestra (clara) con ayuda de una probeta, filtrar si es necesario, primero por el papel de poro fino y posteriormente a través de un filtro de membrana, si hay sospecha de concentración alta realizar una dilución con un factor adecuado. Medir la muestra por triplicado.
2. Repetir los pasos 2 a 5 del procedimiento de estándares.

## Actividad 3 Cálculo de la concentración de nitratos.

### Corrección por materia orgánica disuelta.

1. Considerar la ecuación 4.1 para calcular las absorbancias corregidas de la curva de calibración y las muestras.

$$\text{AbsCorregida} = \text{Abs}_{220} - 2 \times \text{Abs}_{275} \dots \text{ec.4.1}$$

**Nota:** Si el valor de la lectura a 275 nm es mayor de 10% del valor de la lectura a 220 nm, este método **no es aplicable**.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	50/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

2. Trazar la curva de calibración graficando las absorbancias corregidas obtenidas (ec 4.1) contra las concentraciones correspondientes establecidas en la tabla 4.1, obtener el modelo matemático y el coeficiente de correlación. Ver el ejemplo en la figura 4.1.

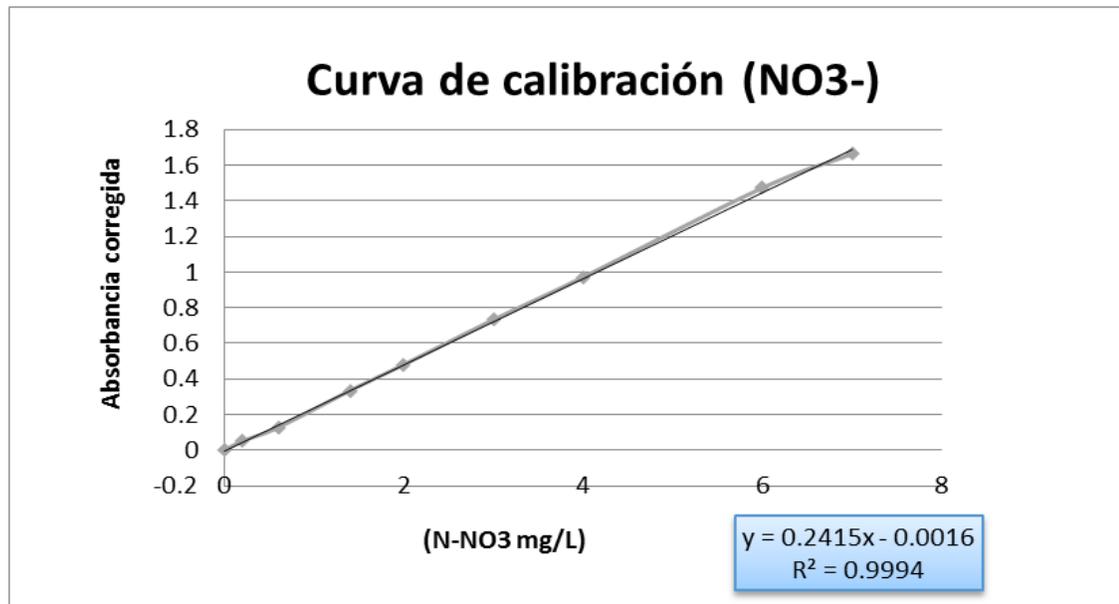


Figura 4.1. Ejemplo de curva de calibración nitrógeno de nitratos.

3. Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación obtenida de la curva de calibración que es representada por la ecuación 4.2:

$$Y = mX + b \dots \text{ec 4.2}$$

Donde:

- m=pendiente
- b= ordenada al origen

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	51/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Y= absorbancia corregida
- X= concentración (mg NO<sub>3</sub>/L)

En caso de haber dilución de la muestra a lo largo del desarrollo del método, utilizar la ecuación 4.3:

$$\text{mg NO}_3/\text{L} = \text{concentración} \times \text{Factor de dilución ec 4.3.}$$

## 6. Análisis de resultados

- Establecer la validez de la curva de calibración, considerando el valor obtenido del coeficiente de correlación.
- Indicar cuales son los puntos clave en la determinación de este parámetro y establecer el paso crítico del análisis.
- Considerando la procedencia de la muestra establecer si los resultados obtenidos son los esperados.

## 7. Conclusiones

Generar la conclusión correspondiente basada en la relación entre los objetivos y los resultados obtenidos.

## 8. Fuentes de consulta

NMX-AA-082-1965. Contaminación del agua - determinación de nitrógeno de nitrato- método espectrofotométrico-ultravioleta.

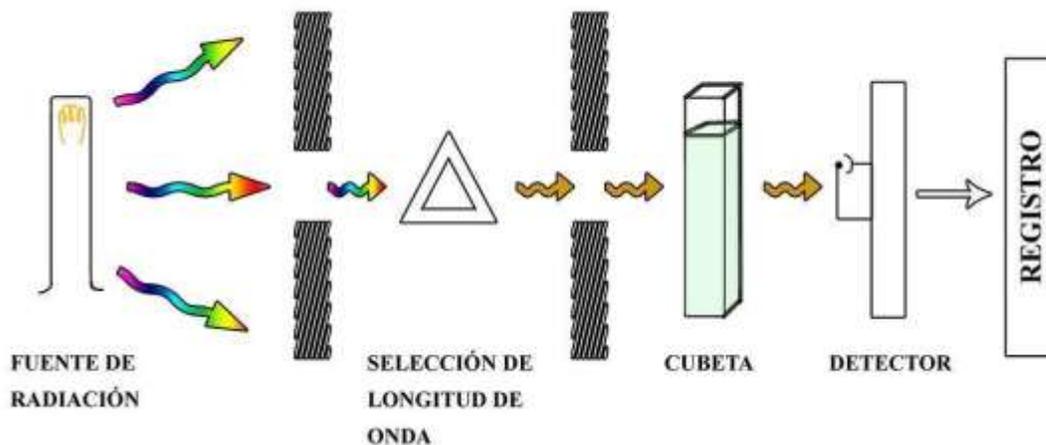
Skoog, D., & West, D. (2014). Fundamentos de Química Analítica. Cengage Learning Editores.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	52/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 9. Anexos

### Uso del espectrofotómetro.

El principio del funcionamiento del espectrofotómetro de haz sencillo de luz se muestra en la figura 4.2.



**Figura 4.2 Funcionamiento del espectrofotómetro de haz sencillo de luz.**

El procedimiento para el uso adecuado del espectrofotómetro se presenta a continuación:

1. Asegurar que el portacelda se encuentra vacío.
2. Encender el espectrofotómetro oprimiendo el botón de encendido. El equipo automáticamente realiza el chequeo de autoinicialización. La pantalla despliega secuencialmente el estatus del chequeo.
3. Después de 15 minutos de calentamiento, el equipo estará en condiciones de realizar lecturas de absorbancia o transmitancia según se requiera.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	53/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

4. Seleccionar el modo **absorbancia** o porcentaje (%) de transmitancia. El modo elegido aparece en la pantalla.
5. Fijar la longitud de onda deseada utilizando los comandos que se muestran en la pantalla del equipo.

### Actividades previas

1. Revisar el siguiente enlace sobre el uso del espectrofotómetro, **atención**, solo proporciona información básica, las dudas serán aclaradas en la práctica por el profesor.

[https://youtu.be/i\\_3wweyhZpg](https://youtu.be/i_3wweyhZpg)

Información complementaria (opcional), plática sobre los nitratos hasta minuto 25.

[El nitrato en el agua subterránea: los desafíos actuales](#)

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	54/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería	Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental		
La impresión de este documento es una copia no controlada			

# Práctica 5: Determinación de Fósforo total en agua.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	55/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 1. Seguridad en la ejecución

	Peligro o Fuente de energía	Riesgo asociado
1	Balanza analítica	Daño a equipo
2	Espectrofotómetro	Daño a equipo/eléctrico
3	Parrilla de calentamiento	Daño a equipo/quemadura
4	Material roto	Cortaduras/derrames
5	Reactivos ácidos	Quemadura química

### a. Equipo de protección personal



## 2. Objetivo de aprendizaje

Determinar la presencia de fósforo total en una muestra de agua, para establecer de acuerdo con los resultados la concordancia de los valores de este parámetro y la información previa de la fuente de la que se obtuvo la muestra.

## 3. Introducción

El fósforo es un nutriente esencial para el crecimiento de organismos, sin embargo la descarga en exceso de fosfatos en cuerpos de agua puede estimular el crecimiento de macro y microorganismos fotosintéticos en cantidades nocivas para el cuerpo de agua receptor.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	56/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

El fósforo se encuentra presente en las aguas naturales y en las aguas residuales en diversas formas químicas, como ortofosfatos, polifosfatos, o como parte de compuestos orgánicos, se puede presentar en forma soluble, en partículas de detritos, en los organismos acuáticos y en los sedimentos de los cuerpos de agua. Las diversas formas de fosfatos provienen de una gran variedad de fuentes, como son: aguas de retorno agrícola, escurrimientos superficiales, aguas residuales domésticas e industriales, Además procesos particulares como el control de corrosión en incrustaciones, la fabricación de detergentes y fertilizantes, así como el procesamiento de alimentos han contribuido notablemente al incremento de la presencia de fosfatos en las aguas residuales.

La determinación del fósforo es necesaria en estudios de contaminación de ríos, lagos y embalses, así como en los procesos químicos y biológicos de purificación y tratamiento de aguas residuales, ya que se sabe que la descarga de 1 g de fósforo, puede permitir la formación de más de 100 g de materia orgánica.

Para la determinación analítica del fósforo total se utilizará el método del ácido vanadomolibdofosfórico, cuyo principio indica que, en una disolución diluida de ortofosfatos, el molibdato de amonio reacciona en condiciones ácidas con el vanadato para formar un heteropoliácido, ácido molibdofosfórico, en la presencia de vanadio, se forma ácido vanadomolibdofosfórico de color amarillo, la longitud de onda a la cual la intensidad del color es medida depende de la detección requerida y la intensidad del color amarillo es directamente proporcional a la concentración de fosfato.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	57/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

#### 4. Materiales, equipo y reactivos

- Agua destilada
- Fenolftaleína
- Solución de ácido fuerte
- Persulfato de amonio ó Persulfato de potasio
- Hidróxido de sodio 1N
- Carbón activado libre de fosfatos
- Solución vanado-molibdato
- Ácido clorhídrico 1:1
- Balanza analítica o digital
- Parrilla de calentamiento: Una superficie aproximada de 30 cm X 50 cm es adecuada
- Espectrofotómetro (UV-VIS o VIS)
- Campana de extracción
- Celda de 1 cm de paso óptico de luz
- Matraces volumétricos de 100 mL
- Matraces volumétricos de 50 mL
- Vaso de precipitados de 100 mL
- Vaso de precipitados de 250 mL
- Vaso de precipitados de 50 mL
- Pipeta graduada de 1 mL
- Pipeta graduada de 10 mL
- Pipeta pasteur de plástico
- Perlas de ebullición
- Propipetas
- Soporte Universal con aro
- Embudo de filtración
- Papel filtro cualitativo Whatman 42 o equivalente
- Guantes para objetos calientes

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	58/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 5. Desarrollo

### Actividad 1 Curva de calibración para determinación de fósforo total

**NOTA: La actividad 1 se realiza previamente y la información la proporciona el profesor(a) de laboratorio.**

Preparar las siguientes diluciones estándar de acuerdo con la Tabla 5.1, para obtener los puntos de la curva.

Tabla 5.1 Disoluciones estándar para análisis de fósforo

Estándar	Volumen (mL) de disolución madre (concentración 50 mg/L)	Concentración final (mg/L)
Blanco	0	0
1	3	1.5
2	5	2.5
3	10	5
4	15	7.5

- Tomar una alícuota del volumen señalado con una pipeta volumétrica y transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, aforar con agua destilada y rotular adecuadamente.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	59/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

### Actividad 2 Digestión de muestras.

1. Vaciar 50 mL de muestra en un vaso de precipitados de 100 mL y adicionar una gota de fenolftaleína, si aparece un color rosado, adicionar gota a gota ácido sulfúrico concentrado hasta que desaparezca el color.
2. Posteriormente adicionar 1mL de disolución de ácido fuerte y 0.4 g de persulfato de amonio o 0.5 g persulfato de potasio según la disponibilidad.
3. Llevar a ebullición moderada en una parrilla precalentada por 30 a 40 min o hasta que el volumen final alcanzado sea de 10 mL, agregar perlas de ebullición para cuidar no generar salpicaduras (proyecciones). Realizar esta actividad en la campana.
4. Verter la muestra digerida en un matraz aforado de 100 mL, dejar enfriar, y agregar 30 mL de agua destilada, adicionar 1 gota de fenolftaleína y neutralizar con la disolución de hidróxido de sodio (1N) hasta ver un color **rosa pálido**, se requerirá de 15 a 20 mL aproximadamente.
5. Eliminar el color rosa con una disolución de ácido clorhídrico (1:1) antes de aforar a 100 mL con agua destilada.

**Nota:** En algunas muestras puede formarse un precipitado en la fase del punto 4, pero no se debe filtrar. Mezclar bien para cualquier subdivisión de la muestra. El precipitado (posiblemente de fosfato de calcio) se disuelve bajo condiciones ácidas al continuar con la técnica.

### Actividad 3 Lectura de estándares y muestras.

Para **muestras** con exceso de color, aplicar a, si no proseguir con 1.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	60/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

a. *Remoción del color de las muestras.*

Colocar 50 mL de muestra en un vaso de precipitados y añadir 200 mg de carbón activado, agitar manualmente por 5 min, posteriormente filtrar para remover el carbón activado (utilizar papel whatman #42 o equivalente).

Desarrollo del color.

1. Colocar 35 mL de muestra, en un matraz volumétrico de 50 mL. Añadir 10 mL de la disolución del reactivo vanado-molibdato y diluir hasta la marca con agua destilada.
2. Dejar que se desarrolle el color en las muestras por un periodo de 10 minutos.
3. Medir la absorbancia a 420 nm de longitud de onda para cada estándar de la curva de calibración proporcionado, y la muestra por triplicado.
4. Graficar la curva de calibración con la respuesta de las absorbancias leídas en cada estándar, obtener el modelo matemático y el coeficiente de correlación, como se presenta en el ejemplo de la Figura 5.1.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	61/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

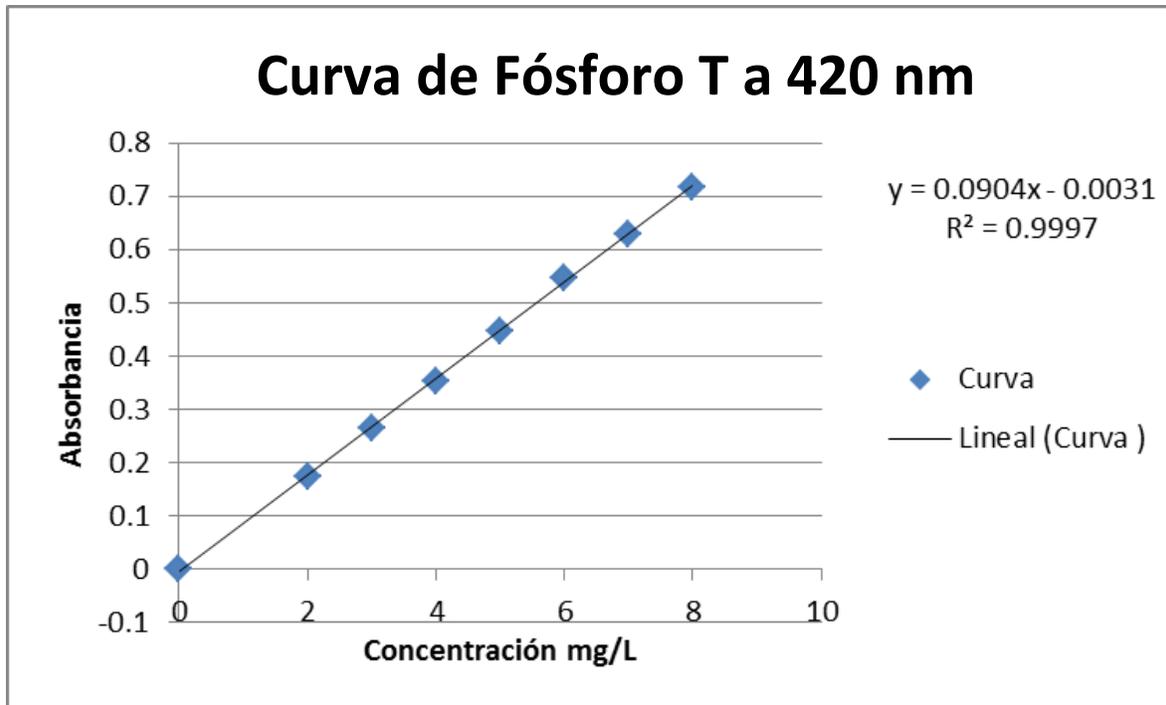


Figura 5.1 Ejemplo de curva de calibración del Fósforo Total.

5. Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación obtenida de la curva de calibración que es representada por la ecuación 5.1:

$$Y = mX + b \dots \text{ec 5.1}$$

Donde:

- m=pendiente
- b= ordenada al origen
- Y= absorbancia
- X= concentración (mg P/L)

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	62/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

En caso de haber dilución de la muestra a lo largo del desarrollo del método (digestión y alícuota de muestra), utilizar la ecuación 5.2:

$$\text{mg P/L} = \text{concentración} \times \text{Factor de dilución...ec 5.2}$$

## 6. Análisis de resultados

- Establecer la validez de tu curva de calibración, considerando el valor obtenido del coeficiente de correlación.
- Indicar cuales son los puntos clave en la determinación de este parámetro y establece el paso crítico del análisis.
- Considerando la procedencia de la muestra establecer si los resultados obtenidos son los esperados.

## 7. Conclusiones

Generar la conclusión correspondiente basada en la relación entre los objetivos y los resultados obtenidos.

## 8. Fuentes de consulta

APHA (American Public Health Association). (2003). Standard methods for examination of water and waste water. 20th Ed. Washington DC, USA.

CONAGUA, NMX-AA-029-2001. "Análisis de agua - determinación del fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - método de prueba.

Skoog, D., & West, D. (2014). Fundamentos de Química Analítica. Cengage Learning Editores.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	63/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 9. Anexos

### Actividades previas

1. Revisar el siguiente enlace que habla sobre la determinación de fósforo total, **atención** solo proporciona información básica, en una aplicación simplificada de la técnica analítica.

[08 - Determinación de Fósforo en agua por espectrofotometría UV-Vis](#)

Consultar el siguiente enlace para conocer aplicaciones (opcional).

[https://www.researchgate.net/publication/26475254\\_Medios\\_de\\_soporte\\_alternativos\\_para\\_la\\_remocion\\_de\\_fosforo\\_en\\_humedales\\_artificiales](https://www.researchgate.net/publication/26475254_Medios_de_soporte_alternativos_para_la_remocion_de_fosforo_en_humedales_artificiales)

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	64/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

# Práctica 6: Determinación de DBO<sub>5</sub>.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	65/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 1. Seguridad en la ejecución

	Peligro o Fuente de energía	Riesgo asociado
1	Bomba de vacío	Daño eléctrico
2	Incubadora	Daño eléctrico
3	Material roto	Cortaduras/derrames

### a. Equipo de protección personal



## 2. Objetivo de aprendizaje

Determinar la Demanda Bioquímica de Oxígeno en una muestra de agua para establecer de acuerdo con los resultados la concordancia de los valores de este parámetro y la fuente de la que se obtuvo la muestra.

## 3. Introducción

La oxidación microbiana o mineralización de la materia orgánica es una de las principales reacciones que ocurren en los cuerpos de agua naturales y constituye una de las demandas de oxígeno, ejercida por los microorganismos heterotróficos, que hay que cuantificar. Uno de los ensayos más importantes para determinar la concentración de la materia orgánica en aguas residuales es el ensayo de DBO a cinco días. La DBO<sub>5</sub> es una medida de la cantidad de oxígeno utilizado por los microorganismos para degradar materia orgánica, en condiciones aerobias. En

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	66/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

aguas residuales domésticas, el valor de la DBO a cinco días representa en promedio un 65 a 70% del total de la materia orgánica oxidable. El ensayo supone la medida de la cantidad de oxígeno consumido por organismos vivos en la utilización de la materia orgánica presente en un residuo; por tanto, es necesario garantizar que durante todo el periodo de ensayo exista suficiente oxígeno disuelto para ser utilizado por los organismos.

De acuerdo con la NMX-AA-028-SCFI-2001. La Demanda bioquímica de oxígeno (DBO<sub>5</sub>): Es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días. El método se basa en medir el oxígeno consumido por una población microbiana en condiciones en las que se han inhibido los procesos fotosintéticos en condiciones que favorecen el desarrollo de los microorganismos.

#### 4. Materiales, equipo y reactivos

- Agua destilada
- Solución amortiguadora de fosfatos
- Solución de Sulfato de magnesio heptahidratado
- Solución de Cloruro de calcio anhidro
- Solución de Cloruro férrico hexahidratado
- Ácido sulfúrico concentrado
- Hidróxido de sodio
- Solución de sulfato manganoso
- Solución Alcalí-yoduro-nitruro
- Solución de almidón (indicador)
- Solución de Tiosulfato de sodio 0,025 M (valorado)
- Bomba de vacío
- Incubadora a 20°C

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	67/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Sistema de aireación
- Matraces Erlenmeyer
- Frasco Winkler
- Soporte universal con pinzas
- Bureta
- Probetas de 1L
- Probetas de 100 mL
- Probetas de 25 mL
- Vasos de precipitados de 4L
- Pipetas de 3 mL
- Bidón de 20L

## 5. Desarrollo

### **Demanda bioquímica de oxígeno, DBO.**

La DBO<sub>5</sub> se obtiene como el cociente de la diferencia de oxígeno disuelto (OD) en la muestra de agua en el primer día (OD<sub>inicial</sub>) menos el oxígeno disuelto al quinto día (OD<sub>final</sub>), sobre el porcentaje de dilución (en forma decimal) al cual se realiza la prueba, como se presenta en la ecuación 6.1.

$$DBO_5 = \frac{OD\ inicial - OD\ final}{\%dilución} \dots \text{ec 6.1}$$

Para la preparación del agua de dilución se requiere airearla hasta la saturación y agregar 1 mL de cada uno de los nutrientes por cada litro de agua de dilución.

### **Actividad 1 Pretratamiento de muestras**

- Muestras con pH ácidos o básicos  
Neutralizar las muestras a un pH entre 6.5 y 7.5, con ácido sulfúrico o hidróxido de sodio de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más del 0.5 %.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	68/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Muestras que contienen cloro residual
  - a. En medida de lo posible, evitar las muestras que contengan cloro residual, de preferencia tomar muestra antes del proceso de cloración (cuando sea posible).
  - b. Si la muestra fue clorada pero no hay residuo detectable de cloro, se procede a inocular el agua de dilución. No se debe analizar muestras cloradas sin inocular el agua de dilución.
  - c. En algunas muestras, el cloro desaparece en el lapso de 1 h a 2 h después de su exposición a la luz.
  - d. En caso de que el residuo de cloro no se disipe en un tiempo razonablemente corto (de 1 a 2 horas), eliminarlo añadiendo solución de sulfito de sodio. Determinar el volumen requerido de solución de sulfito de sodio cuantificando el cloro residual total. Añadir a la muestra neutralizada el volumen relativo de sulfito de sodio a partir de la prueba anterior; mezclar y después de 10 a 20 min, comprobar el cloro residual de la muestra.
  
- Muestras sobresaturadas con oxígeno disuelto (OD)
 

En muestras de agua fría o de embalses, es posible encontrar valores mayores a 9.0 mg/L de OD a 20°C. Para evitar pérdidas de oxígeno se recomienda reducir la saturación, calentando la muestra aproximadamente a 20°C en frascos parcialmente llenos mientras se agitan vigorosamente.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	69/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- Inhibición de la nitrificación
  - a. Si es requerido inhibir la nitrificación, adicionar 3.0 mg de 2-cloro-6 (triclorometil) piridina en cada recipiente antes de coleccionar muestra o adicionar una cantidad suficiente de agua para tener una concentración de 10 mg/l aproximadamente.
  - b. Las muestras que requieren inhibición de la nitrificación son: efluentes tratados biológicamente, muestras inoculadas con efluentes tratados biológicamente y aguas superficiales.

### **Actividad 2 Preparación del agua de dilución (agua con nutrientes)**

1. Para preparar el volumen requerido de agua, añadir por cada litro de agua destilada 1 mL de cada una de las siguientes soluciones:
  - Solución amortiguadora de fosfatos
  - Solución de sulfato de magnesio
  - solución de cloruro de calcio
  - solución de cloruro férrico
2. Mezclar perfectamente.
3. Colocar en el recipiente que contiene el agua de dilución, el dispositivo de aireación y saturar con oxígeno por lo menos durante 1 h.

### **Actividad 3 Preparación de muestras diluidas.**

Se recomienda hacer varias diluciones, al menos 2, con un duplicado de la muestra preparada para el día 5, en ausencia de información o datos previos, se sugiere utilizar los siguientes porcentajes de dilución:

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	70/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- De 0% a 1% para los residuos industriales fuertes
- De 1% a 5% para aguas residuales sedimentadas y crudas
- Del 5% al 25% para el efluente tratado biológicamente
- Del 25% al 100% para aguas superficiales contaminadas o levemente contaminadas

***Técnica de dilución:***

1. Con ayuda de una probeta, medir el volumen de muestra deseada (seleccionar el volumen de probeta más cercano al que se va a medir) y trasvasar a otra probeta de 1000 mL.
2. Agregar el agua de dilución hasta completar el volumen de 1000 mL en la probeta donde se trasvasó la muestra.
3. Llenar los frascos Winkler de aproximadamente 300 mL con cada una de las diferentes diluciones, rotular (con fecha y [%] de dilución), verificar que no haya burbujas de aire adheridas en el interior de los frascos.
4. Guardar un frasco por día de determinación, para cada dilución realizada en la incubadora a 20 °C, con el propósito de analizar el oxígeno disuelto al tiempo "n", incluyendo el día 5. Añadir un sello de agua destilada en el espacio disponible entre la boca del frasco y el tapón a todos los que permanezcan en la incubadora y revisar cada día que el sello no se consuma (figura. 6.1).

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	71/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			



Figura 6.1 Frasco Winkler y espacio donde se debe colocar el sello hidráulico.

#### Actividad 4 Determinación del oxígeno disuelto

Determinar el oxígeno disuelto inicial para cada muestra utilizando el método yodométrico de azida modificado.

Con su respectiva pipeta graduada, **añadir** al frasco Winkler:

1. 2 mL de sulfato manganoso ( $Mn_2SO_4$ ) tapar, escurrir y limpiar el excedente.
2. 2 mL de álcali-yoduro-nitruro, tapar el frasco escurrir y limpiar el excedente, mezclar invirtiendo 15 veces. Se formará un precipitado.
  - i. Precipitado blanco indica ausencia de oxígeno.
  - ii. Precipitado café o amarillo indica presencia de oxígeno.
3. Esperar a que sedimente el precipitado hasta el “hombro” de la botella y volver a mezclar invirtiendo el frasco.
4. Añadir 2 mL de ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ ) tapar, escurrir, limpiar el excedente y mezclar. El precipitado se disolverá y el oxígeno quedará fijado.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	72/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

5. Con ayuda de una probeta, medir 100 mL de muestra y trasvasar a un matraz Erlenmeyer de 250 mL o 500 mL según su disponibilidad.
6. Llenar la bureta con la disolución estándar de tiosulfato de sodio 0.025 M hasta la marca cero mililitros. En caso de observar que hay burbujas de aire, será necesario purgar la bureta y nuevamente llenar hasta la marca (cero).
7. Dosificar la solución estándar de tiosulfato de sodio 0.025M a la muestra contenida en el matraz Erlenmeyer, abriendo la llave de la bureta a goteo, hasta que la muestra presente una tonalidad amarilla “pálida”.
8. Agregar de 2 a 3 gotas del indicador de almidón al matraz y mezclar.
9. Volver a dosificar la solución de tiosulfato hasta que el color sea el original de la muestra (desaparición de tonos azules), registrar el volumen gastado.
10. Calcular el valor del oxígeno disuelto (OD), en mg/L utilizando la ecuación 6.2:

$$OD = \frac{M * V * 8 * 1000}{98.7} \quad ec. 6.2$$

Donde:

M= Molaridad de la solución estándar de tiosulfato de sodio

8= Gramos equivalente de oxígeno

V= Mililitros de tiosulfato gastados en la titulación, en mL

98.7=Volumen corregido por el desplazamiento de los reactivos en el frasco Winkler

El valor obtenido con este procedimiento corresponde al valor de OD inicial, repetir el procedimiento descrito en los numerales 1 a 10 con el frasco Winkler que se quedó incubando para obtener el valor de OD al tiempo “n” y a los 5 días.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	73/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

### Actividad 5 Cálculo de la DBO

El valor obtenido con este procedimiento corresponde al valor de OD inicial, repetir este procedimiento con los frascos Winkler que se quedaron incubando a 20°C para obtener el valor de OD en cualquier día, hasta llegar al día 5 donde se determina el OD final que permite estimar la DBO<sub>5</sub> (ec 6.1) .

En caso de realizar la prueba para otro periodo de incubación mayor hay que corregir éste valor y transformarlo a DBO<sub>5, 20</sub>. Si se tiene un valor determinado de DBO para un tiempo de incubación “t” y una temperatura “T”, hay que obtener la DBO última (L) con la ecuación 6.3, para lo cual es requerido el valor de k (característico en cada tipo de agua):

$$L = \frac{DBO_{t,T}}{1 - e^{-k(T)t}} \quad [mg/l] \quad ec. 6.3$$

A partir de la DBO última (L) se puede obtener el valor de DBO<sub>t, T</sub> (a cualquier tiempo) (ecuación 6.4):

$$DBO_{t,t} = L(1 - e^{-k(T)t}) \quad [mg/l] \quad ec. 6.4$$

Para el caso particular de DBO<sub>5, 20</sub> se presenta la ecuación 6.5:

$$DBO_{5,20^{\circ}C} = L(1 - e^{-k(20)5}) \quad [mg/l] \quad ec. 6.5$$

### 6. Análisis de resultados

Realizar un gráfico con los resultados de la determinación del oxígeno disuelto para cada día y en cada porcentaje de dilución.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	74/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

- ¿Qué características tiene el gráfico obtenido?
- ¿Se presentó en algún porcentaje de dilución el consumo total del oxígeno en un día previo al quinto?

Realizar el análisis de los resultados, mencionar las posibles causas de las desviaciones de los mismos, así como su implicación directa o indirecta para el cumplimiento de los objetivos.

## 7. Conclusiones

Generar la conclusión correspondiente basada en la relación entre los objetivos y los resultados.

## 8. Fuentes de consulta

SINEC, NMX-AA-012-SCFI-2001 “Análisis de agua-Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba”.

SINEC, NMX-AA-028-SCFI-2001 “Análisis de agua-Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno en aguas naturales, residuales (DBO5) y residuales tratadas-método de prueba”.

APHA (American Public Health Association). (2003). Standard methods for examination of water and wastewater. 20th Ed. Washington DC, USA.

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, Subdirección de hidrología - grupo laboratorio de calidad ambiental, demanda bioquímica de oxígeno 5 días, incubación y electrometría.

	<b>Manual de prácticas del Laboratorio de Evaluación de la Calidad del Agua.</b>	Código:	MADO-96
		Versión:	01
		Página	75/75
		Sección ISO	8.3
		Fecha de emisión	4 de febrero de 2022
Facultad de Ingeniería		Área/Departamento: Laboratorio de Ingeniería Sanitaria y Ambiental	
La impresión de este documento es una copia no controlada			

## 9. Anexos

### Actividades previas

- ✓ **Revisar el siguiente material** para familiarizarte con los vires de la técnica de determinación de oxígeno disuelto, los pasos analíticos pueden tener variaciones con respecto al desarrollo de la práctica, sin embargo no son trascendentales.

[Determinación de Oxígeno Disuelto en agua por método Winkler](#)

Consultar el siguiente enlace para conocer aplicaciones (opcional).

<https://www.redalyc.org/journal/5722/572266265006/html/>