

98



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**ESTUDIO Y ANALISIS DE LAS AGUAS NEGRAS
DE CIUDAD UNIVERSITARIA**

198

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A

ENRIQUE MARIO GOMEZ QUIROZ



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Tesis

CLAS _____

ADQ MT-1

FECHA _____

PROC 1976

•

201



QUÍMICA

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profr. Jorge Spamer Garcia Conde

SECRETARIO: Profr. Cutberto Ramirez Castillo

VOCAL: Profra. Martha Rodriguez Perez

1er. SUPLENTE: Profr. Carlos Bazan Villegas

2er. SUPLENTE: Profra. Graciela Martinez Ortiz

Sitio donde se desarrollo el tema:

Laboratorio de tratamiento de aguas.

Edificio "B"

Facultad de Quimicas.

U N A M

SUSTENTANTE: ENRIQUE MARIO GOMEZ QUIROZ

ASESOR DEL TEMA: Profr. Jorge Spamer Garcia Conde.

Con Respeto y Cariño a mis Padres:

Sr. Lic. Ricardo Gómez García

Sra. Julieta Quiroz de Gómez

Los premios de la vida se encuentran al fin de cada jornada, y no cerca del comienzo, y no me corresponde a mí saber cuántos pasos son -- necesarios a fin de alcanzar mi meta. Puede aún sobrecogerme el fracaso al dar mi milésimo paso, y sin embargo quizá el éxito se oculte detrás del siguiente recodo del camino. Jamás sabré cuán -- cerca estoy del éxito a menos que doble la curva. Siempre daré un paso más. Si ése no es suficiente daré otro y aún otro. En realidad, un paso por vez no es muy difícil.

og mandino.

A Mis Hermanos:

Ricardo

Daniel

Fernando

Francisco

Raul

Por sus Consejos y

Estímulos en mi

Esfuerzo.

A Mi Querida Esposa :

Evangelina O. de Gómez

Por su Gran Comprensión

e Inagotable Paciencia.

A Mi Adorada Hija :

Corina Fabiola

Por su Amor Incomparable.

Al finado Profr.

Pablo Hope y Hope

con profunda gratitud por su infinita ayuda en la elaboración de ésta tesis.

A mis estimables maestros :

Con tado respeto mi reconocimiento por sus sabias enseñanzas.

A mis familiares y amigos,

Por su estima incomparable y su amistad perdurable.

TEMARIO

INTRODUCCION

Exposición de los motivos que determinaron la elaboración de esta tesis.

CAPITULO PRIMERO

MATERIALES Y METODOS

- a).- Toma de la muestra
- b).- Olor
- c).- Color
- d).- Temperatura
- e).- Potencial de hidrogeno (pH)
- f).- Solidos totales: 1.- Fijos 2.- Volatiles
- g).- Solidos suspendidos: 1.- Fijos 2.- Volatiles
- h).- Solidos sedimentables.
- i).- Solidos disueltos
- j).- Alcalinidad
- k).- Cloruros
- l).- Sulfatos
- m).- Aceites y grasas
- n).- Oxigeno disuelto
- o).- Demanda bioquímica de oxígeno
- p).- Demanda química de oxígeno
- q).- Nitrogeno total: 1.- Amoniacal 2.- Organico.

- r).- Fosfatos totales
- s).- Número más probable de grupos coliformes
- t).- Número más probable de coli-fecales.

CAPITULO SEGUNDO

PARTE EXPERIMENTAL

- a).- Toma de muestra
- b).- Olor
- c).- Color
- d).- Temperatura
- e).- Potencial de hidrogeno (pH)
- f).- Solidos totales: 1.- Fijos 2.- Volatiles
- g).- Solidos suspendidos 1.- Fijos 2.- Volatiles
- h).- Solidos disueltos ✓
- i).- Solidos sedimentables
- j).- Alcalinidad
- k).- Cloruros
- l).- Sulfatos
- m).- Aceites y grasas
- n).- Oxigeno disuelto
- o).- Demanda bioquímica de oxigeno
- p).- Demanda química de oxigeno
- q).- Nitrógeno total: 1.- Amniacal 2.- Organico
- r).- Fosfatos totales
- s).- Número más probables de grupos coliformes.

r).- Número más probable de coli fecales

CAPITULO TERCERO

GRAFICAS Y RESULTADOS

a).- Grafica para fosfatos

b).- Tabla de resultados

CAPITULO CUARTO

CONCLUSIONES

BIOGRAFIA

I N T R O D U C C I O N .

I N T R O D U C C I O N

Siendo actualmente uno de los problemas más graves en nuestros días la contaminación ambiental, quise penetrar en este campo y que-
mejor forma que haciendo un estudio del líquido máspreciado para -
los organismos vivos; como es el agua.

Las causas por las cuales seleccioné el tema de elaborar un -
estudio y análisis de las aguas negras de Ciudad Universitaria fue
primordialmente hacer una pequeña contribución en agradecimiento a -
la institución que me brindó la posibilidad de realizar mis estudios
universitarios dentro de sus instalaciones, otra de las causas pri--
mordiales que me motivaron a realizar este estudio es la gran canti-
dad de aguas negras que se desechan en dicha institución, y ver si -
es posible que en un tiempo futuro tengan estas aguas alguna otra -
utilidad, tales como poderlas utilizar nuevamente.

Actualmente la Ciudad Universitaria esta limitada: al norte --
por la Av. Universidad y la Av. Copilco, al sur por la Calzada de la
Liga, al este por el poblado de Copilco y al oeste por los Jardines
del Pedregal.

Las actividades principales a las que se dedica dicha institu-
ción son las siguientes: enseñanza superior, investigación y cuestio-
nes administrativas.

Actualmente la Ciudad Universitaria tiene un gasto de agua pota-
ble de 40 litros/seg. de las 7.00 A.M. a las 20.00 P.M. y un gasto de
20 litros/seg. de las 20.00 P.M. a las 7.00 A.M., tomando en cuenta -
estos gastos podemos decir que el gasto anual en m³ es aproximadamente

del orden de: 1,100,000 m³/año.

Esta agua potable que utiliza la Ciudad Universitaria es obtenida de tres pozos profundos construídos para tal fin. El agua que de estos pozos se obtiene es de muy buena calidad y potable por lo tanto no es necesario un tratamiento para este fin.

Previamente esta agua es clorada para así poder eliminar cualquier germen que pudiese ser nocivo a la salud antes de ser utilizada como agua potable.

Este líquido es usado para agua potable, para riego, para laboratorios y para instalaciones deportivas. El costo actual del m³ de agua potable que se consume en Ciudad Universitaria es de \$.35m³.

El incremento de agua potable usada originalmente desde su construcción de Ciudad Universitaria hasta nuestros días, es de un 300% pues va en relación directa al aumento de población en dicha institución.

La población actual en Ciudad Universitaria es aproximadamente de 120,000 personas de las cuales 100,000 son alumnos, 15,000 empleados y 5,000 visitantes, esta población es la causante directa de la gran cantidad de aguas negras que se desechan.

La descarga de las aguas negras en los interiores de los edificios se hace por medio de tuberías de fierro fundido, posteriormente estas aguas se descargan en tuberías de concreto que se unen a las -

alcantarillas que son parte de la red principal del drenaje de Ciudad Universitaria.

El tipo de alcantarillado en la red del drenaje es del tipo mixto, pues en ésta se descargan las aguas negras producidas en los baños de servicio, en las instalaciones deportivas y laboratorios de investigación, las aguas de lluvia y aguas superficiales. Posteriormente esta red de drenaje se une a la red municipal, ésta unión se efectúa en las coordenadas C-8 del plano No. 1

El flujo de las aguas negras en dicha institución se efectúa de poniente a oriente por la razón de que la Ciudad Universitaria está ubicada en una superficie de terreno que tiene declive, por lo tanto, el flujo de aguas negras se hace de la superficie más alta a la más baja.

Por este motivo, el costo para la descarga de las aguas negras es muy bajo, puesto que la descarga se efectúa por gravedad, por lo tanto los gastos que se efectúan para la descarga son los salarios para un grupo de personas encargadas de la limpieza y conservación de la red de drenaje, este costo es aproximadamente de \$240,000 anuales.

La descarga de las aguas negras, se efectúa en todas las épocas del año pero se incrementa grandemente en épocas de lluvias.

Actualmente se está construyendo un depósito auxiliar que se localiza en las coordenadas C-8 del plano. Los propósitos de construir este depósito auxiliar, es el de dar más fluidez a los grandes volúmenes de agua que circulan en esta época de lluvias por la - - -

red del drenaje. También para almacenar temporalmente estos grandes volúmenes de líquido e irlos descargando a la red municipal poco a poco y con esto evitar los grandes congestionamientos de flujo que en esta época se presentaban frecuentemente en esta unión de redes. El número aproximado de alcantarillas distribuidas en la red del drenaje de Ciudad Universitaria, es de 400 alcantarillas; éstas están colocadas estratégicamente tomando en cuenta los ramales que a ellas llegan, también considerando los afluentes del líquido que a ellas se descargan.

Para corroborar lo anterior se detalló un plano que aparece en esta tesis, mismo que fué hecho por coordenadas para la mejor localización de puntos importantes que se localizan en la Institución.

Las líneas punteadas representan en este plano la red de distribución de drenaje interno en dicha institución y también muestra los puntos de contacto que tiene ésta con las instalaciones de tipo educativo deportivo cultural que se encuentran enclavadas en Ciudad Universitaria.



EDIFICIOS E INSTALACIONES

EDIFICIOS PRINCIPALES	LOCALIZACION
A.- Torre de la Rectoría - - - - -	D-3
B.- Biblioteca Central - - - - -	D-3
1.- Torre de Ciencias - - - - -	D-6
2.- Torre de Humanidades - - - - -	C-3
 FACULTADES ESCUELAS	
3.- Facultad de Ciencias - - - - -	D-6
4.- Facultad de Comercio y Administración - - - - -	H-5 y C-5
5.- Facultad de Derecho - - - - -	C-4
6.- Facultad de Filosofía y Letras - - - - -	C-4
7.- Facultad de Ingeniería - - - - -	E-5
8.- Anexo de la Facultad de Ingeniería - - - - -	G-6
9.- División de Estudios Superiores de Ingeniería - - - - -	E-6
10.- Facultad de Medicina - - - - -	C-7
11.- Facultad de Química - - - - -	E-6 y D-7
12.- Escuela Nacional de Arquitectura - - - - -	E-4
13.- Escuela Nacional de Ciencias Políticas y Sociales - -	C-5
14.- Escuela Nacional de Economía - - - - -	C-5
15.- Escuela Nacional de Medicina Veterinaria y Zootecnia -	E-8
16.- Escuela Nacional de Odontología - - - - -	C-5
 CENTROS DE INVESTIGACION	
17.- CIMASS - - - - -	E-7
18.- Estación Sismológica - - - - -	E-8

19.- Instituto de Biología - - - - -	E-7
20.- Instituto de Estudios Médicos y Biológicos - - - - -	E-7
21.- Instituto de Física - - - - -	C-6
22.- Instituto de Geografía - - - - -	E-5
23.- Instituto de Geología - - - - -	E-5
24.- Instituto de Ingeniería - - - - -	F-6
25.- Jardín Botánico - - - - -	I-0
26.- Invernadero - - - - -	F-7
27.- Observatorio Meteorológico - - - - -	F-4

MUSEO Y AUDITORIOS

28.- Museo Universitario de Ciencias y Arte - - - - -	E-3
29.- Auditorio de Arquitectura - - - - -	E-3
30.- Auditorio de Ciencias - - - - -	D-5
31.- Auditorio de Derecho - - - - -	C-4
32.- Auditorio de Humanidades - - - - -	C-3
33.- Auditorio de Ingeniería - - - - -	E-5
34.- Auditorio de Medicina - - - - -	D-7
35.- Auditorios de Química - - - - -	E-7

INSTALACIONES DEPORTIVAS

36.- Alberca - - - - -	E-4
37.- Campos de Basquetbol y Voleibol - - - - -	F-6
38.- Campo de Beisbol - - - - -	F-6
39.- Campos de Futbol - - - - -	F-4

40.- Campos de Fútbol - - - - -	F-6
41.- Campos de Tenis - - - - -	G-6
42.- Campo de Tiro con Arco y Flecha - - - - -	F-5
43.- Dirección General de Educación Física - - - - -	F-5
44.- Estadio Olímpico - - - - -	D-1
45.- Estadio de Prácticas - - - - -	G-4
46.- Frontón Cerrado - - - - -	H-4
47.- Frontones - - - - -	F-4 y G-4
48.- Gimnasios - - - - -	F-5 y G-4

SERVICIOS GENERALES

49.- Centro Comercial - - - - -	D-3
Correos - - - - -	E-3
55.- Librería Universitaria - - - - -	E-3
56.- Oficinas Técnicas - - - - -	F-3
57.- Radio Universidad - - - - -	F-3
58.- Telégrafos - - - - -	E-3
59.- Terminal de Autobuses - - - - -	E-3
Terminal de Trolebuses - - - - -	C-1
60.- Mantenimiento - - - - -	y B-4
61.- Depósito Auxiliar de Descarga - - - - -	C-8

SERVICIOS SOCIALES

62.- Centro Médico - - - - -	F-3
63.- Dirección General de Servicios Sociales - - - - -	D-4

- - -

Distribución aproximada de población en las diferentes Escuelas y Facultades que se localizan en Ciudad Universitaria.

Facultad de Medicina.	24.000	personas
Facultad de Contaduría y Administración.	15.000	"
Facultad de Ingeniería.	13.000	"
Facultad de derecho.	12.000	"
Facultad de Ciencias Químicas.	8.000	"
Escuela Nacional de Odontología.	8.000	"
Escuela Nacional de Arquitectura.	7.000	"
Facultad de Ciencias Políticas y Sociales.	6.000	"
Escuela Nacional de Economía.	5.500	"
Facultad de Ciencias.	5.500	"
Facultad de Filosofía y Letras.	4.500	"
Facultad de Psicología.	4.500	"
Facultad de Veterinaria y Zootecnia.	3.500	"
Escuela Nacional de Música.	2.000	"
Escuela Nacional de Artes Plásticas.	1.000	"
Escuela Nacional de Trabajo Social.	500	"
	<hr/>	
T o t a l	120.000	personas
	<hr/> <hr/>	

CIUDAD UNIVERSITARIA



CAPITULO PRIMERO

MATERIALES Y METODOS

TOMA DE LA MUESTRA

Una de las precauciones que más hay que tomar en cuenta al analizar un agua es que ésta sea representativa de su composición promedio. Las condiciones del agua cambia de tiempo en tiempo y a veces instantáneamente. Las muestras deben tomarse en botellas de vidrio incoloro y perfectamente lavadas, primero con ácido clorhídrico luego con agua corriente y finalmente con agua destilada y en el momento de tomar la muestra, se han de enjuagar con la misma agua por analizar. Estas botellas deben estar tapadas con tapón esmerilado o de corcho siempre que éste sea nuevo y se lava perfectamente con la misma muestra de agua.

En general es conveniente hacer los analisis tan pronto como se toman las muestras. Los frascos deben llenarse directamente para evitar modificaciones en la composición de las muestras, por el efecto de los gases del aire.

La muestra se toma en recipientes apropiados según sea el caso. Tan pronto como este lleno el recipiente usado se tapa y se le coloca su etiqueta, haciendo constar la fecha y el lugar en que se tomó la muestra.

DETERMINACION DEL OLOR

La observación del olor debe hacerse en el momento de tomar la muestra y en el laboratorio a la temperatura de ebullición.

DETERMINACION DEL COLOR

El verdadero color del agua es el producido únicamente por las sustancias disueltas en ella, por lo que hay que quitar los cuerpos - en suspensión. El color aparente es el debido tanto de las sustancias disueltas como a las que se encuentran en suspensión y se determina - en el agua sin filtrar.

DETERMINACION DE LA TEMPERATURA

EQUIPO Y PROCEDIMIENTO

EQUIPO

El equipo normal consta de un termómetro de mercurio, con un - ámbito aproximado de 0 - 100°C. Esto será suficiente para muchos fi-- nes generales. La escala debe estar subdividida en 0.5°C o en 1°C pa-- ra facilitar la lectura. Los termómetros de campo deben estar provis-- tos de un estuche metálico, para evitar roturas.

Para conocer la temperatura a diferentes profundidades, se pue-- den usar los termómetros de reversión, el termófono y el termistor, - considerándose que éste último es el más adecuado y el de mayor exac-- titud.

PROCEDIMIENTO

Los termómetros se calibran ya se para "inmersión total" o para "inmersión parcial". Los termómetros de inmersión total deben sumer-- girse completamente en el agua para registrar la temperatura correcta. Los termómetros de inmersión parcial, por otro lado, deben sumergirse - en el agua hasta la profundidad del círculo grabado que aparece alrede-- dor de la varilla abajo del nivel de la escala.

Deben hacerse las lecturas con el termómetro sumergido, en el agua, de preferencia en movimiento, después de un tiempo suficiente para lograr que sean constantes. Este dato debe ser representativo de la temperatura de la corriente en el tiempo que se colecta la muestra. Por consiguiente, la temperatura debe tomarse en el punto de muestreo.

La temperatura de aguas residuales domésticas, efluentes y desechos en el momento de muestreo, se debe aproximar a grados enteros.

DETERMINACION DE pH

METODO ELECTROMETRICO

El método electromético que usa electrodos de vidrio y de referencia con unpotenciómetro comercial, es el procedimiento normal para medir el pH.

DETERMINACION DE pH POR METODO ELECTROMETRICO

Debido a las diferencias entre las diversas marcas y modelos comerciales de potenciómetros, es imposible proporcionar instrucciones detalladas para la operación correcta de cada instrumento, debiendo seguirse en cada caso las instrucciones de los fabricantes.

El electrodo de vidrio y el electrodo de calomel se deben humedecer y preparar para su uso, de acuerdo con las instrucciones que se proporcionen. Se debe prestar siempre especial vigilancia a la posibilidad de resultados falsos, provenientes de fallas mecánicas o eléctricas como pilas agotadas, electrodos de vidrio agrietados, taponamiento de la conexión líquida o electrodos sucios debido al tipo de muestra analizada.

a).- Normalización de los electrodos y del equipo:

El aparato se debe comprobar a 20°C con 2 soluciones amortiguadoras, empleándose generalmente la solución amortiguadora de Bórax, - 0.01 M, para un pH de 9.22 y la solución amortiguadora de ftalato ácido de potasio 0.05 M, para un pH de 4.0 Los electrodos se deben enjuagar perfectamente y deben quedar sumergidos en agua destilada, hasta que se usen.

b).- Cuidado de los electrodos:

En las titulaciones potenciométricas de acidez, alcalinidad y - en la determinación de los valores del pH, tanto el electrodo de vidrio como el electrodo de referencia, se deben encontrar escrupulosamente limpios, lo que es particularmente necesario con aguas residuales y desechos industriales que contienen, a menudo, aceites, grasas - y otros compuestos que forman películas que pueden inhibir la sensibilidad de los electrodos.

Los electrodos pueden necesitar una limpieza ocasional con disolventes o detergentes, usando un tejido suave para su secado.

Si es necesario, la activación del electrodo de vidrio se tendrá por su inmersión en HCl al 2% por 2 o más horas, con un enjuagado cuidadoso de agua destilada.

Guárdense sumergidos siempre en agua destilada cuando no se -- usen.

DETERMINACION DE SOLIDOS TOTALES FIJOS Y

VOLATILES

EQUIPO

Cápsulas de porcelana de 100 ml para evaporar.

Probetas graduadas de 100 ml.

Estufa para secar

Desecadores

Mecheros de gas con trípode y triángulos

Mufla eléctrica para calcinar

Balanza analítica

Crisoles Gooch

Matraces para filtrar al vacío con accesorios

Bombas de vacío.

Discos de fibra de vidrio para filtrar, de 2.1 o 2.4 cm.
(Whatman, GF/C, o equivalente)

Baño María.

Conos de Imhoff.

PROCEDIMIENTO Y CALCULO

1).- Determinación de sólidos totales, fijos y volátiles.

En muestras que tengan un pH inferior a 4.3 se agrega NaOH y se mantiene ese pH de 4.3 durante la evaporación; el peso de NaOH que se adicione, se deduce del peso del residuo. Al enfriar, es conveniente hacerlo primero en aire y finalmente en desecador para comple-

tar el enfriamiento en una atmósfera seca.

- 1.1) Calcine la cápsula de porcelana
- 1.2) Enfríe y pese (A)
- 1.3) Mida 100 ml de la muestra en la probeta graduada y páselos a la cápsula de porcelana.
- 1.4) Evapore la muestra a sequedad en la estufa a 103°C hasta peso constante o en baño maría primero y después en la estufa a 103°C. El secado por una hora es usualmente suficiente.
- 1.5) Enfríe y pese (B)
- 1.6) Si se determinan sólidos volátiles, calcine el residuo de la evaporación a 550°C, en una mufla hasta peso constante (Se ha encontrado que los residuos de efluentes y aguas residuales usualmente alcanzan su peso constante después de 15 a 20 minutos de calcinación).
- 1.7) Enfríe y pese (C)
- 1.8) Cálculo.

El peso de la cápsula después de evaporar la muestra (B) - Menos el peso de la cápsula (A) es igual al peso en gramos de los sólidos totales.

$$\text{ppm de sólidos totales} = \frac{(B - A) \times 1,000}{\text{ml de muestra}} = E$$

El peso de la cápsula después de la evaporación de la muestra (B) menos el peso de la cápsula después de calcinada (C) es igual al peso de la pérdida por calcinación, e igual a los sólidos totales volátiles.

$$\text{ppm de sólidos volátiles totales} = \frac{(B-C) \times 1,000}{\text{ml de muestra}} = F$$

Las ppm de sólidos totales, menos las ppm de los sólidos volátiles totales dan las ppm de sólidos fijos totales.

$$\text{ppm de sólidos fijos totales} = E - F$$

2) Determinación de sólidos suspendidos, fijos y volátiles.

2.1) Preparación del disco para filtrar.

Coloque un disco de fibra de vidrio para filtrar en un crisol Gooch, con la superficie arrugada mirando hacia arriba, teniendo cuidado de que el disco se coloque en el fondo del crisol y cubra completamente las perforaciones. Coloque el crisol con el filtro en un aparato de filtración y aplique vacío.

Con el vacío aplicado, lave el disco con agua destilada.

Después de que el agua se ha filtrado, desconecte el vacío

y pase el crisol con el filtro a una estufa a 103°C

por una hora (30 minutos en un horno de convección mecánica).

Si no se determinan sólidos volátiles, enfríe el crisol

a la temperatura ambiente en un desecador y pese. Si

se determinan los sólidos volátiles, pase el crisol a una

mufla y calcine a 550°C por 15 minutos. Saque el crisol del

horno, colóquelo en un desecador hasta que se enfríe a la

temperatura ambiente y luego pese (A).

2.2) Tratamiento de la muestra.

Excepto para las muestras que contienen una concentración muy elevadas de sólidos suspendidos o para filtros muy lentos, seleccione un volumen de muestra que sea igual a 14 ml. o más por cm^2 del área del filtro.

Coloque el crisol con el disco en el aparato de filtración, con el vacío aplicado, humedezca el disco con agua destilada para colocarlo contra el crisol Gooch. Mida el volumen seleccionado de muestra bien mezclada con una pipeta volumétrica, matraz volumétrico o probeta. Filtre la muestra a través del disco, usando succión. Dejando la succión, lave el aparato 3 veces con porciones de 10 ml de agua destilada, permitiendo un drenado completo entre los lavados. Interrumpa la succión, remueva el crisol Gooch y séquelo en una estufa a 103°C por una hora (30 minutos en un horno de convección mecánica). Después del secado, enfríe el crisol en un desecador a la temperatura ambiente antes de pesarlo en una balanza analítica (B)

Si se determinan sólidos volátiles, calcine el crisol Gooch con el disco y los sólidos suspendidos por 15 minutos a 550°C . Después de este tiempo, pase el crisol a un desecador, déjelo enfriar a la temperatura ambiente y pese (C).

2.3) Cálculo.

La diferencia entre el peso del crisol antes de filtrar (A) y el peso del crisol después de filtrar (B), da el peso en gramos de los sólidos suspendidos totales.

$$\text{ppm de sólidos suspendidos totales} = \frac{(B-A) \times 1000}{\text{ml de muestra}} = D$$

La diferencia entre el peso del crisol después de filtrar la muestra (B) y el peso del crisol después de calcinarse (C) da el peso en gramos de la pérdida por calcinación -- o sólidos suspendidos volátiles.

$$\text{ppm de sólidos suspendidos volátiles} = \frac{(B-C) \times 1000}{\text{ml de muestra}} = E$$

Las ppm de los sólidos suspendidos totales menos las ppm de los sólidos suspendidos volátiles, dan las ppm de los sólidos suspendidos fijos.

$$\text{ppm de sólidos suspendidos fijos} = D - E$$

3) Determinación de sólidos sedimentables.

3.1) Vierta un litro de aguas residuales crudas en un cono de Imhoff y deje que los sólidos se sedimenten por 45 minutos.

3.2) Agite suavemente los lados del cono con un agitador o por rotación para que se sedimenten los sólidos adheridos a los lados.

3.3) Deje que se sedimenten por 15 minutos más.

3.4) Lea los sólidos sedimentables directamente en ml/l.

4) Determinación de sólidos disueltos.

Los sólidos disueltos pueden ser obtenidos además de usar las medidas de conductividad específica, por diferencia entre los sólidos totales y los sólidos suspendidos de una muestra filtrada, siguiendo la técnica de la determinación de sólidos totales.

DETERMINACION DE LA ALCALINIDAD POR EL METODO DE INDICADORES

REACTIVOS

- (1).- Agua destilada exenta de CO_2 . Se debe usar agua destilada con pH no menor de 6.0; si éste es inferior se debe hervir por 15 minutos y enfriarse a la temperatura ambiente.
Se puede usar agua deionizada, en lugar del agua destilada, siempre que tenga una conductancia menor de 2 microhms y un pH mayor de 6.0
- (2).- Acido sulfúrico o ácido clorhídrico valorado 0.02N. Se prepara una solución madre, aproximadamente 0.1N diluyendo a 1 litro bien sea 9.5 ml de HCL conc o 3 ml de H_2SO_4 conc.
Se diluyen 200 ml de la solución madre 0.1 N a 1 litro con agua destilada exenta de CO_2 y se titula el ácido 0.02N, con una solución de carbonato de sodio que se ha preparado previamente por disolución de 1.060 g. de Na_2CO_3 anhidro (calidad de patrón primario), secado en estufa a 140°C y llevando a 1 litro con agua destilada exenta de CO_2 .
- (3).- Indicador de fenolftaleína: Se disuelven 5g de fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico o isopropílico al 95%, agregándose 500 ml de agua destilada. Se agrega NaOH 0.02N; a gotas, hasta la aparición de una muy ligera coloración rosa.
- (4).- Indicador de anaranjado de metilo: Se disuelven 0.5g. de anaranjado de metilo en un litro de agua destilada.

b).- Procedimiento.

Se declara la muestra (si es necesario) con una gota de -
tiosulfato de sodio 0.1N.

(1).- Alcalinidad a la fenolftaleína.

Se toman 50 o 100 ml de muestra o una alícuota diluída a -
50 ml en un matraz erlenmeyer. Se agregan dos gotas de indi-
cador de fenolftaleína y se titula con ácido valorado 0.02N,
hasta la coloración correspondiente al punto de equivalencia
de pH 8.3.

(2).- Alcalinidad total con el indicador de anaranjado de metilo.

Se agregan dos gotas del indicador a la muestra en que se ha
determinado la alcalinidad a la fenolftaleína o a una muestra
de volumen adecuado (50 o 100 ml). Se titula con un ácido va-
lorado 0.02N. El indicador cambia al color anaranjado a un -
pH de 4.6 y a rosa a un pH de 4.0.

c).- Cálculos.

Alcalinidad a la fenolftaleína como mg/l de

$$\text{CaCO}_3 = \frac{A \times N \times 50 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Alcalinidad total como mg/l de

$$\text{Ca CO}_3 = \frac{B \times N \times 50 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

siendo: A.- ml de ácido valorado usados en la titulación para al-
calinidad a la fenolftaleína.

B.- ml totales usados para el vire al anaranjado de meti

lo.

N.- Normalidad del ácido.

Si la alcalinidad total se determina sobre la misma porción que se usa para la alcalinidad a la fenolftaleína, se debe tener cuidado de incluir el volumen de ácido usado en la fenolftaleína en el volumen total de ácido consumido.

d).- Cálculo de las formas de alcalinidad.

Se considera que toda la alcalinidad se debe a los iones, bicarbonato e hidróxido, suponiendo la ausencia de otros ácidos débiles -- de composición orgánica o inorgánica, como silícico, fosfórico y bórico. Como los cálculos se hacen sobre una base estequiométrica, los resultados no representan en su estricto sentido las concentraciones de los iones.

El sistema se basa en los principios siguientes.

- (1).- Hay alcalinidad de carbonatos cuando la alcalinidad a la fenolftaleína no es nula, pero es menor que la alcalinidad total.
- (2).- Hay alcalinidad de hidróxidos cuando la alcalinidad a la fenolftaleína es mayor de la mitad de la alcalinidad total.
- (3).- Hay alcalinidad de bicarbonatos cuando la alcalinidad a la fenolftaleína es menor de la mitad de la alcalinidad total.

En el siguiente cuadro se presentan las relaciones anteriores que permiten calcular las diferentes tipos de alcalinidad.

Relaciones de la alcalinidad

Resultado de la titulación	Alcalinidad de hidróxido, en CaCO_3	Alcalinidad de carbonato, en CaCO_3	Alcalinidad de bicarbonato, en CaCO_3
$F = 0$	0	0	T
$F < \frac{1}{2} T$	0	2F	$T - 2F$
$F = \frac{1}{2} T$	0	2F	0
$F > \frac{1}{2} T$	$2F - T$	$2(T - F)$	0
$F = T$	T	0	0

siendo:

F= Alcalinidad a la fenolftaleína

T= Alcalinidad total

DETERMINACION DE ACEITES Y GRASAS

EQUIPO

- 1).- Embudo de separación

REACTIVOS:

- 1).- Acido sulfurico 1 + 1
- 2).- Eter de petróleo

PROCEDIMIENTO

- 1.- Se vierte la muestra por lo general un litro en un embudo de

separación de suficiente capacidad.

2.- Se acidula la muestra con 5 ml de H_2SO_4 por litro.

3.- Se lava el frasco de muestra con 15 ml de éter de petróleo y se agrega los lavados de éter al embudo de separación.

Se agrega al embudo 25 ml adicionales de éter agitando vigorosamente por 2 minutos.

4.- Se deja separar la capa de éter y se vierte la porción acuosa - de la muestra a un recipiente limpio, pasándose la capa del disolvente a un matraz de destilación limpio y tarado.

5.- La porción acuosa nuevamente se pasa al embudo de separación, - se lava el recipiente con 15 ml de éter y se agrega este lavado y un volumen adicional de 25 ml de éter, agitando por otros 2 minutos.

6.- Se deja separada la capa éterea y se desecha la porción acuosa. Se agrega el extracto de éter al matraz de destilación tarado y - se lava el embudo de separación con 20 ml de éter que se pasa al matraz tarado.

7.- En un baño maría se destilan los extractos dejando unos 10 ml. -- remanentes se desconecta el refrigerante y se vaporiza a la misma temperatura el resto del disolvente del matraz tarado, secándose en baño maría o baño de vapor.

8.- Cuando esté seco se deja reposar el matraz en posición horizontal para eliminar vapores.

reposar por 12 hr. se filtra y se diluye el filtrado a un litro con agua destilada.

(3) Solución valorada de nitrato de plata, 0.0141 N; se disuelven 2.395 g. de AgNO_3 en agua destilada y se diluye a 1000 ml - setitula con NaCl 0.0141 N siguiendo el procedimiento del método. La solución valorada de nitrato, exactamente 0.0141 N, equivale a 0.500 mg de Cl^- por 1.00 ml. La experiencia nos ha enseñado que cuando un cierto tipo de aguas tiene gran cantidad de - cloruros, se puede usar AgNO_3 0.282 N que equivale a 1 mg. de - Cl^- por 1 ml de AgNO_3

(4) Solución valorada de cloruro de sodio, 0.0141 N: Se disuelven 824.1 mg. de cloruro de sodio (calidad ACS) previamente secado, en agua exenta de cloruro y se diluye a 1 litro.

(5) Suspensión de hidróxido de aluminio: Se disuelven 125 g. de alumbre de potasio o de amonio, $\text{K}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ó $(\text{NH}_4) \text{---} 2\text{Al} 2(\text{SO}_4)_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, en un litro de agua destilada. Se calienta - a 60°C y se agregan lentamente, con agitación, 55 ml de NH_4OH - concentrado. Después de dejar reposar por 1 hora, se pasa la - muestra a un envase más grande y se lava el precipitado con agua destilada, a través de adiciones sucesivas, mezclado y decantado, hasta que se encuentre libre de cloruros. Recién preparada, la - suspensión ocupa un volumen aproximado de 1 litro.

(6) Indicador de fenolftaleína: se disuelven 5 g. de fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico o isopropílico al 95% y se diluye con 500 ml de agua destilada. Se agrega solución de hidróxido de sodio hasta una débil coloración roja.

(7) Solución de hidróxido de sodio, 1N: Se disuelven 40 g. de NaOH en agua destilada y se diluye a 1 l.

(8) Solución de ácido sulfúrico, 1 N: Se agregan con agitación constante, 28 ml de H_2SO_4 conc, con todo cuidado, a agua destilada y se diluye a un litro.

(9) Peróxido de hidrógeno, al 30%

a).- DETERMINACION

- (1) Se usa una muestra de 100 ml o una porción alicuota apropiada, diluida a 100 ml.
- (2) Si la muestra se encuentra altamente colorida, se agregan 3 ml de suspensión de $Al(OH)_3$, se mezcla, se deja sedimentar, se filtra y se lava, combinando el filtrado y el lavado.
- (3) Si la muestra contiene sulfuro o tiosulfato, se alcaliza a la fenolftaleína con solución de hidróxido de sodio. Se agrega 1 ml de H_2O_2 y se agita. Se neutraliza con ácido sulfúrico.
- (4) Si es necesario, ajustar el pH en un ámbito de 7 - 10 con NaOH ó H_2SO_4 .
- (5) Agregar 1 ml del indicador K_2CrO_4
- (6) Titular con la solución valorada de nitrato de plata hasta un vire amarillo rojizo.
- (7) Se lleva un testigo siguiendo los mismos pasos antes descritos.

CALCULOS

$$\text{mg/de Cl} = \frac{A-B \times N \times 35450}{\text{ml de muestra}}$$

A = ml de $AgNO_3$ usados para la muestra

B = ml de $AgNO_3$ usados para el testigo (0.2 a 0.3 ml)

N = normalidad del $AgNO_3$

DETERMINACION DE SULFATOS

Método gravimétrico con calcinación de residuo

EQUIPO

- 1).- Estufa de secado
- 2).- Mufla
- 3).- Desecador
- 4).- Balanza analítica
- 5).- Papel filtro
- 6).- Aparatos de filtración
- 7).- Crisol de porcelana

REACTIVOS

- 1).- Indicador de rojo de metilo

Se disuelve 0.1g de rojo de metilo en 7.4 ml de NaOH 0.05 N y se diluye a 100 ml en agua destilada.

- 2).- Acido clorihídrico 1+1

- 3).- Solución de cloruro de bario.

Se disuelven 100 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 1 litro de agua destilada. Antes de usarse, se filtra a través de un filtro de membrana o de un papel filtro resistente; 1 ml de este reactivo es capaz de precipitar 40 mg de SO_4^{m} , aproximadamente.

- 4).- Solución de nitrato de plata - acido nítrico.

Se disuelve 8.5g de AgNO_3 y 0.5 ml de HNO_3 conc en 500 ml de agua destilada.

PROCEDIMIENTO

- a).- Eliminación de la Silice.

Para eliminar esta se filtra a través de un papel filtro un volumen aproximado de 100 ml de muestra.

b).- Precipitación de sulfato de bario.

Se acidifica la muestra con 2 ml de ácido clorídrico 1+1, y se verifica con el pH sea ácido al indicar de rojo de metilo. Se calienta la solución a ebullición y con agitación suave, se agrega la solución de cloruro de bario tibia hasta que se considere completa la precipitación, aplicando un exceso de unos 2 ml. Si es pequeña la cantidad del precipitado se agrega un total de 5 ml de solución de cloruro de bario. Se deja reposar el precipitado 24 horas.

c).- Filtración y calcinación.

Después del período de reposo el precipitado se filtra a través de un papel filtro de cenizas conocidas. Se lava el filtrado con pequeñas porciones de agua destilada tibia hasta que los lavados se encuentren exentos de cloruros, según se observen en la prueba con la solución de nitrato de plata ácido nítrico.

Se deposita el filtro con filtrado en un crisol previamente tarado y se ponen estos a calcinar en el interior de una mufla a la cual se le graduó anteriormente para que eleve su temperatura hasta 800°C , a esta temperatura se calcina durante 30 minutos. Después del tiempo de calcinación se saca el crisol de la mufla y se deja enfriar en un desecador y ya frío se pesa en una balanza analítica.

CALCULOS.-

$$\text{mg/l de SO}_4^{\text{m}} = \text{mg de Ba SO}_4 \times 0.4115 \times \frac{1000}{\text{ml de muestra}}$$

DETERMINACION DEL OXIGENO DISUELTO

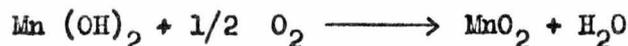
METODO DE WINKLER

El método de Winkler no modificado está sujeto a interferencias de gran número de sustancias. Ciertos agentes como nitritos y Fe^{+3} son capaces de oxidar I^- a I_2^0 y producir resultados altos. Agentes reductores como Fe^{+2} , SO_3 , S^- y politionatos, reducen el I_2^0 a I^- produciendo resultados bajos. Este método es útil para aguas relativamente puras.

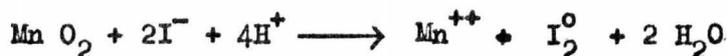
Las reacciones que se producen son como sigue:



Si no hay oxígeno en la muestra, se forma un precipitado blanco, floculento, de hidróxido de manganeso al agregar el Mn SO_4 y el reactivo alcali - yoduro ($\text{NaOH} + \text{KI}$). Si hay oxígeno, el Mn^{+2} se oxida y se precipita como un óxido café hidratado.

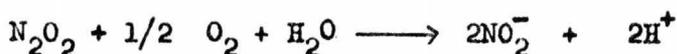
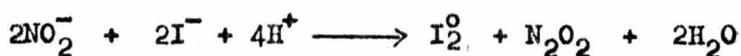


Esta reacción, llamada fijación del oxígeno, se efectúa lentamente, principalmente a temperaturas bajas. Al agregar ácido-sulfúrico el Mn O_2 oxida al I^- para producir I_2^0 libre:

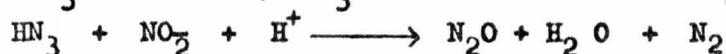
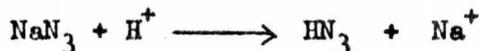


Modificación de la azida del Método de Winkler. El ion nitrito es una de las interferencias más frecuentes en la determinación de oxígeno disuelto. Este ion se presenta principalmente

en efluentes de plantas de tratamiento de aguas residuales domésticas que emplean procesos biológicos, en aguas de ríos y - en muestras incubadas de DBO. Oxida el I^- a I_2^0 libre en condiciones ácidas y su forma reducida resultante, N_2O_2 , es oxidada - por el oxígeno que entra a la muestra durante su titulación, convirtiéndose de nuevo en NO_2^- estableciéndose un ciclo que da resultados erróneamente altos. Las reacciones son como sigue:



Cuando el ion nitrito está presente es imposible obtener un punto final permanente. Esta interferencia se elimina por el uso de la azida de sodio (NaN_3). Cuando se agrega el ácido sulfúrico ocurren las siguientes reacciones:



EQUIPO

Estufa a 120°C

Balanza analítica

Desecadores

Frascos de 300 ml especiales para DBO
(mínimo 3 para cada muestra)

Bureta graduada de 50 ml

Soportes metálicos

Pinzas para bureta

Pipetas serológicas de 10 ml de punta alargada

Pipetas serológicas de 5 ml de punta alargada

Vasos de precipitado Pyrex de 250 ml

Vasos de precipitado Pyrex de 50 ml

Matraces aforados de 1,000 ml

Matraces aforados de 250 ml

Varilla de vidrio de 0.6 cm. de diámetro.

REACTIVOS:-

a).- Solución de Sulfato Manganoso:

Disuelva 480g de $Mn SO_4 \cdot 4H_2O$, 400g de $Mn SO_4 \cdot 2 H_2O$

ó 364g de $Mn SO_4 \cdot H_2O$ en agua destilada, filtre y diluya a un litro. Cuando se tenga incertidumbre sobre el contenido del agua de cristalización se puede obtener una solución de concentración equivalente ajustando su densidad a un valor de 1.270 a 20°C. La solución de sulfato manganoso únicamente debe liberar huellas de yodo, cuando se agregue a una solución acidulada de yoduro de potasio.

Reactivo de álcali-yoduro-azida:

Disuelva 500g de NaOH (ó 700 g de KOH) y 135g de NaI (ó 150g de KI) en agua destilada y diluya a 1 litro. A esta solución agregue 10g de NaN_3 disueltos en 40 ml de agua, Indistintamente se pueden usar las sales de sodio o de potasio. Este reactivo no debe producir coloración con el almidón, cuando se diluya o acidule.

Acido sulfúrico, concentrado:

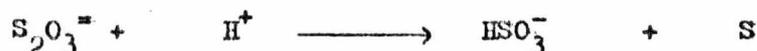
La concentración de este ácido es aproximadamente 36 N; por lo tanto, 1 ml equivale a unos 3 ml del reactivo álcali-yoduro-azida.

Solucion de almidón:

En un mortero o en un vaso prepare una emulsión de 5-6 g de almidón de patata, arrurruz o soluble, con una pequeña cantidad de agua destilada. Vierta esta emulsión en 1 litro de agua en ebullición, continúe hirviendo unos minutos y deje sedimentar por una noche. Emplee el líquido claro sobrenadante y presérvelo por la adición de 1.25g. de ácido salicílico por litro o de unas cuantas gotas de tolueno. Consérvese en el refrigerador.

Solución madre de tiosulfato de Sodio, 0.10 N.

Disuelva 24.82 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada recién hervida y enfriada y diluya a 1 litro. Presérvese por la adición de 5 ml de cloroformo o de 1 g de NaOH por litro. Es recomendable que las soluciones de tiosulfato se hagan con agua hervida para eliminar el gas carbónico y que se agregue la cantidad mencionada de NaOH con el fin de mantener la solución libre de iones hidrógeno y evitar la descomposición del ion tiosulfato con separación de azufre:



El pH resultante evita también el desarrollo de ciertos microorganismos (thiobacillus) que acelera la descomposición en el sentido ya dicho.

En las soluciones de tiosulfato se acelera una descomposición iniciada cuando son expuestas a la luz y por ésto se recomien-

da conservarlas en frasco oscuros o en frascos claros evitando la exposición constante a la acción de aquella.

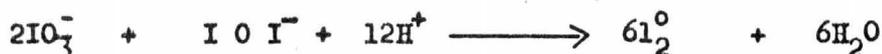
Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.025 N

Prepárese bien sea por dilución de 250 ml de la solución madre de tiosulfato de sodio a 1,000 ml. o por disolución de 6.205g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada recién hervida y enfriada y diluya a 1, 000 ml. La solución valorada de tiosulfato de sodio exactamente 0.025 N equivalente a 0.200 mg de OD por 1.0 - ml. Se titula con: biyodato o bicromato

Solución valorada de biyodato de potasio, 0.025 N Una solución madre de concentración equivalente a la solución de tiosulfato 0.1N contiene 3.249 g/l de $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$. La solución de biyodato - equivalente al tiosulfato 0.025 N contiene 0.8124 g/l de $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ y se puede preparar por disolución de 250 ml de la solución madre a un litro, en un matraz aforado.

TITULACION

El yodo liberado es químicamente equivalente al agente oxidante que se usó:



Disuelva 2 g de KI, exento de yodato en un matraz Erlenmeyer con 100 a 150 ml de agua destilada agregue 10 ml de H_2SO_4 1+9 y a continuación, exactamente 20 ml de la solución valorada de biyodato, diluya a 200 ml titule el yodo liberado con la solución de tiosulfato agregando el almidón hacia el final de la titulación,

cuando se alcance un color paja pálido. Se deben necesitar - exactamente 20 ml de la solución de tiosulfato 0.025 N cuando las soluciones en comparación son de igual concentración. - Es conveniente que la solución se ajuste exactamente a 0.025N. Solución valorada de bicromato de potasio, 0.025 N. El biyodato se puede substituir por $K_2Cr_2O_7$. Una solución, equivalente al tiosulfato de sodio 0.025 N contiene 1,226 g/l de $K_2Cr_2O_7$. Séquese previamente a $103^{\circ}C$ por 2 horas. La solución se debe - preparar en un matraz aforado.

TITULACION

El bicromato de potasio es reducido por el yoduro de potasio en solución ácida según la ecuación



Este método, aunque es cómodo, presenta ciertos inconvenientes: la solución de sal crómica es verde y este color - impide, cuando no se tiene alguna práctica, ver con facilidad - el final de la reacción o sea la decoloración del engrudo de almidón; por otra parte, el ácido yodhídrico formado por la acción del yodo y el ácido clorhídrico, se oxida con facilidad por el oxígeno del aire en presencia de sales crómicas; esa oxidación libera yodo y los resultados son altos; puede evitarse por lo - menos en partes, la oxidación del ácido yodhídrico generando - dentro del matraz una atmósfera de CO_2 , para lo cual basta con agregar una pequeña cantidad de bicarbonato de sodio. En un ma-

traz Erlenmeyer de 500 ml disuelva en 100 ml de agua destilada 3g de yoduro de potasio (libre de yodato) y 2g de bicarbonato de sodio; cuando las sales se han disuelto agregue, cuidando de no agitar mucho el matraz, 5-6 ml de ácido clorhídrico concentrado y después exactamente 20 ml de la solución valorada de $K_2Cr_2O_7$; tape el matraz con un vidrio de reloj, deje en reposo en la oscuridad durante 10 minutos y titule con el tiosulfato 0.025 N.

Normalidad del tiosulfato = $\frac{20 \text{ ml de } K_2Cr_2O_7 \times 0.025N}{\text{ml gastados de tiosulfato}}$

Reactivo especial de solución de fluoruro de potasio

Disuelva 40g de $KF \cdot 2H_2O$ en agua destilada y diluya a 100 ml (el fluoruro de potasio se agrega con el fin de evitar las interferencias de Fe^{+3} cuando se encuentra en concentraciones superiores de 10 mg/l. ya que suministra F^- que se combina con Fe^{+3} para formar $Fe F_3$ escasamente ionizado).



Procedimiento

Para fijar el oxígeno se adicionan, a la botella de DBO conteniendo a la muestra, 2 ml de sulfato manganoso ($MnSO_4$) con una pipeta graduada cuidando que la punta de la misma penetre aproximadamente 0.5 cm en el seno del agua.

A continuación se agregan 2 ml del reactivo denominado alcali-yoduro-nitruro, que es una solución de hidróxido de sodio ($Na OH$); yoduro de potasio (KI) y nitruro de sodio ($Na N_3$); la -

adición se hace de la misma forma que el reactivo anterior.

Al hacer esta adición se forma un precipitado café, si hay oxígeno disuelto, en caso negativo el precipitado será blanco. Una vez formado el precipitado café se tapa la botella de DBO y se agita vigorosamente durante unos 30 segundos, -- despues de lo cual se deja sedimentar el precipitado. Finalmente se adicionan 2 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y se agita hasta la total disolución del precipitado. Con esto el oxígeno disuelto queda fijado.

Pase una alícuota de 100 ml a un matraz Erlenmeyer de 250 ml - y titule con la solución valorada de tiosulfato de sodio 0.025N hasta un color amarillo paja pálido. Agregue 1-2 ml de almidón y continúe la titulación hasta la primera desaparición del color azul.

CALCULOS

$$\text{ppm de OD} = \frac{\text{ml de tiosulfato} \times N \times \text{Eq.} \times 1,000}{\text{vol. de muestra (ml.)}}$$

Donde

N= Normalidad de tiosulfato

Eq= peso equivalente de oxígeno

Corrección por la adición de reactivos

Reactivos agregados= 4 ml (2 ml de sulfato manganos + 2 ml de - álcali-yoduro - nitruro) en 300 ml de muestra original

Si se pipetea 100 ml de muestra

$$\frac{300}{(300-4)} = \frac{100}{x} ; x = 98.7 \text{ ml}$$

Sustituyendo y rectificando el volumen de muestras:

$$\text{ppm de OD} = \frac{\text{ml de tiosulfato} \times 0.025 \text{ N} \times 8 \times 1,000}{98.7}$$

$$\text{Factor cte.} = \frac{0.025 \text{ N} \times 8 \times 1,000}{98.7} = 2.03$$

ppm de OD = ml de tiosulfato \times 2.03

DETERMINACION DE LA DEMANDA BIOQUIMICA
DE OXIGENO

EQUIPO

Incubadora (General Electric.- Precisión Scientific. Modelo 805. Ambito de 5-50°C No. de catálogo 31313 de Curtin).

Refrigerador

Estufa a 120°C

Balanza analítica

Potenciómetro

Compresora de Aire

Mechero Bunsen

Desecadores

Frasco de 20 litros

Frascos claros de color ámbar de 2,000 ml (para reactivos)

Botellas de plástico de 1,000 ml con boca angosta (para recolección de muestras).

Frascos de 300 ml especiales para DBO (mínimo 3 para cada muestra)

Bureta graduada de 50 ml

Soportes metálicos

Pinzas para bureta

Pipetas volumétricas de 100 ml de punta alargada

"	"	50	"	"
"	"	25	"	"
"	"	3	"	"
"	"	2	"	"

Pipetas serológicas de 10 ml de punta alargada

"	"	5	"	"
---	---	---	---	---

Probetas graduadas de 2,000 ml

"	"	1,000 ml
---	---	----------

Probetas graduadas de 100 ml

Matraces Erlenmeyer de 2,000 ml

"	"	500 ml
---	---	--------

"	"	250 ml
---	---	--------

"	"	125 ml
---	---	--------

Vasos de precipitado Pyrex de 1,000 ml

"	"	"	600 ml
---	---	---	--------

"	"	"	400 ml
---	---	---	--------

"	"	"	250 ml
---	---	---	--------

"	"	"	100 ml
---	---	---	--------

"	"	"	50 ml
---	---	---	-------

Matraces aforados de 1,000 ml

"	"	500 ml
---	---	--------

"	"	250 ml
---	---	--------

"	"	100 ml
---	---	--------

"	"	50 ml
---	---	-------

Varilla de vidrio de 0.6 cm de diámetro

Tubo de vidrio de 0.6 cm de diámetro

Tubo de hule de 0.6 cm de diámetro

Pinzas Mohr

Frascos gotero de 30 ml

Agitador de tipo de émbolo (varilla de vidrio y disco de hule con perforaciones, de diámetro un poco menor del de las probetas utilizadas para las diluciones).

Pera de succión.

REACTIVOS

a) Agua destilada:

El agua que se use para la preparación de las soluciones y para el agua de dilución debe ser de la más alta calidad, destilada en alambiques de cristal o con refrigerantes de estaño; debe contener - menos de 0.01 mg/l de Cu^{++} y debe estar exenta de cloro, cloraminas, alcalinidad cáustica, sustancias orgánicas o ácidos.

b) Solución amortiguadora de fosfato.

Disuelva 8.5g de KH_2PO_4 , 21.75g de K_2HPO_4 , 33.4g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - y 1.7g de NH_4Cl en unos 500 ml de agua destilada y diluya a 1 litro. El pH de esta solución amortiguadora debe ser 7.2, sin ajuste alguno. Si el agua de dilución se conserva en el incubador, la solución amortiguadora se agrega justamente antes de usar el agua de dilución.

c) Solución de sulfato de magnesio

Disuelva 22.5g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluya a 1 litro.

d) Solución de cloruro de calcio

Disuelva 27.5g de CaCl_2 anhidro en agua destilada y diluya a 1 litro.

e) Solución de cloruro férrico

Disuelva 0.25g de $\text{FeCl}_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluya a 1 litro.

f) Soluciones de ácidos o álcalis, IN:

Para la neutralización de las muestras de desechos que sean cáusticas o ácidos.

g) Soluciones de sulfito de sodio, 0.025 N;

Disuelva 1.575g de Na_2SO_3 en 1,000 ml de agua destilada. Esta solución no es estable y debe prepararse diariamente.

METODO DE DILUCION

Este método se basa en el concepto fundamental de que la velocidad de la degradación bioquímica orgánica es directamente proporcional a la cantidad de material no oxidado.

(1) Sin inóculo

(1.1) Aireese el agua destilada hasta que se sature con oxígeno - disuelto.

Agréguense los nutrientes al agua aireada y continúese la aeración. Estímese la dilución necesaria para producir un consumo de oxígeno - entre 2 y 6 mg/l después de 5 días de incubación. Las diluciones recomendables son las siguientes:

Tipo de desecho	DBO ₅ en mg/l (estimada)	Porcentaje de dilución
Desecho industrial concentrado	500-5,000	0.1 - 1.0
Aguas residuales domésticas	100 - 500	1.0 - 5.0
Efluentes tratados	20 - 100	5.0 - 25

Utilizando como guía el valor estimado de la DBO, se calculan las diluciones apropiadas para obtener el abatimiento deseado del contenido de oxígeno.

La disminución en un ámbito de 40 - 60% del OD inicial, dará los resultados más confiables. Las diluciones que muestran un OD residual cuando menos de 1 mg/l y un consumo cuando menos de 2 mg/l se pueden considerar las más seguras.

Adicione cuidadosamente el agua de dilución a una probeta graduada de 1,000 a 2,000 ml de capacidad, llénese la probeta hasta la mitad procurando no hacer burbujas para evitar la entrada de aire. Agréguese cuidadosamente la cantidad de muestra para hacer la dilución deseada y dilúyase al nivel apropiado con el agua de dilución.

Mezcle bien, con un agitador de tipo de émbolo, evitando también la entrada de aire. Vierta la dilución mezclada por lo menos en 2 frascos de DBO, procurando que el líquido se derrame, tape herméticamente evitando las burbujas de aire, incube por lo menos un frasco y en el otro, o en los otros, determine el OD inicial de la mezcla.

Prepárense diluciones sucesivas de concentración más baja de la misma manera.

Si el agua residual representa el 1% del volumen total, y se sabe que el OD de la muestra es prácticamente cero, el cálculo se debe basar en el OD del agua de dilución.

(1.2) La técnica de dilución se puede simplificar bastante cuando se miden directamente en frascos de capacidad conocida, cantidades apropiadas de la muestra, usando una pipeta volumétrica de punta alargada y el frasco se llena con el agua de dilución justamente para que el tapón pueda colocarse sin dejar burbujas de aire.

(1.3) Incubación.

Incube el testigo del agua de dilución y las muestras diluidas por 5 días a 20 C en oscuridad absoluta. Selle hidráulicamente los frascos de DBO invirtiéndolos en una charola con agua en la incubadora o use un sello hidráulico en la parte superior del cuello del frasco especial de DBO.

FORMULA:

$$DBO_5 \text{ mg/l} = \frac{(DIOD \text{ mg/l} - OD \text{ mg/l al } 5^{\circ} \text{ día})}{\% \text{ de dilución expresado en decimales.}}$$

DETERMINACION DE LA DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO

(METODO DEL DICROMATO DE POTASIO)

a).- Principio.

Se han propuesto varias sustancias para la determinación de la demanda química de oxígeno, pero se ha encontrado que el dicromato de potasio es el más práctico de todos, ya que es un oxidante potente en soluciones fuertemente ácidas; es capaz de oxidar una amplia variedad de sustancias orgánicas casi completamente a dióxido de carbono y agua. Además, es un compuesto relativamente barato y puede ser obtenido en un elevado estado de pureza. --- Este método se base en que muchos tipos de materia orgánica son destruidos -- por una mezola de ácidos crómico y sulfúrico en ebullición. Consiste en someter una muestra a reflujo, conteniendo materia orgánica, con ácido sulfúrico en ebullición. Consiste en someter una muestra a reflujo, conteniendo materia orgánica, con ácido sulfúrico y dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) valorado. Durante el período de reflujo, la materia oxidable reduce una cantidad equivalente de $K_2Cr_2O_7$; el remanente es valorado con una solución de sulfato ferroso amoniacal de concentración conocida. La cantidad de $K_2Cr_2O_7$ reducido (cantidad de $K_2Cr_2O_7$ agregado menos cantidad de $K_2Cr_2O_7$ restante) es una medida de la cantidad de materia orgánica oxidada.

El ión ferroso es un agente reductor excelente para el dicromato de potasio. Sus soluciones se preparan mejor con sulfato ferroso amoniacal, el cual se obtiene en forma pura y estable. En solución, sin embargo, como casi todas las soluciones de agentes reductores, es lentamente oxidado por el oxígeno del aire, por eso se requiere que se valore cada vez que se use, ésto se hace con solución de dicromato de potasio de concentración conocida. La reacción entre el sulfato ferroso amoniacal y el dicromato de potasio se representa como sigue;



Como en el caso de la oxidación biológica, no todos los compuestos son oxidados por este método químico. Algunos compuestos son oxidados completamente, sin dificultad, como, azúcares, cadenas alifáticas ramificadas y anillos benzoénicos sustituidos. Otros compuestos no son oxidados por este método, entre los principales se encuentran, benceno, tolueno y piridina. Algunos compuestos son parcialmente oxidados, pero se puede aumentar la eficiencia de la oxidación mediante la adición de sulfato de plata como catalizador a la solución de reflujo, dichos compuestos son por ejemplo, cadenas de ácidos lineales, alcoholes y aminoácidos. No hay ventaja en usar el catalizador en presencia de hidrocarburos aromáticos.

Generalmente se podría esperar que la DBO última de un agua residual se aproximara a la DQO, pero hay muchos factores que desmienten esta información.

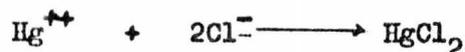
Incluyendo,

- 1) Muchos compuestos orgánicos que son oxidables por el dicromato de potasio no son oxidables bioquímicamente.
- 2) Ciertas sustancias inorgánicas como hierro ferroso, sulfuros, sulfitos, tiosulfatos y nitritos son oxidadas por el dicromato, creando una DQO inorgánica, la cual interfiere cuando se estima el contenido orgánico de un agua residual.
- 3) Los resultados de DBO pueden estar afectados por la carencia de un inóculo aclimatado dando resultados erróneamente bajos. Los resultados de DQO son independientes de esta variable.
- 4).- Ciertos iones inorgánicos reducidos pueden ser oxidados en las condiciones de la prueba de DQO y, por consiguiente, ocasionar resultados erróneamente altos. Los cloruros causan el problema más serio, debido a su concentración relativamente grande en la mayoría de las aguas residuales;

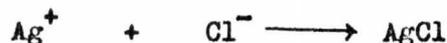


Afortunadamente, esta interferencia se puede eliminar por la adición de sul

fato mercúrico a la muestra antes de la adición de los otros reactivos. El ion mercúrico se combina con el ion cloruro para formar cloruro mercúrico escasamente ionizado :



Si se agrega una cantidad insuficiente de sulfato mercúrico, HgSO_4 , el exceso de cloruros precipitará el catalizador como sigue:



Como la presencia del catalizador de plata es esencial para la oxidación de los compuestos anteriormente citados, se pueden esperar resultados erróneamente bajos de DQO.

Los nitritos se oxidan a nitratos y su interferencia se puede eliminar por la adición de ácido sulfámico a la solución de dicromato de potasio. Sin embargo, raras veces se presentan cantidades significativas en aguas residuales o en aguas naturales.

c).- Equipo:

- 1) Matraces Erlenmeyer de 500 ml con cuello esmerilado de 24/40
- 2) Refrigerante Friedrich .
- 3) Tubo de hule de 0.6 cm de diametro.
- 4) Parrillas con soportes o ; Mecheros Bunsen, soportes metálicos, tripie, tela de alambre con asbesto.
- 5) Pinzas para soporte con abrazaderas.
- 6) Pinzas para buretas.
- 7) Matraces aforados de 1000, de 500 y de 100 ml.
- 8) Bureta graduada de 50 ml.
- 9) Matraces Erlenmeyer de 500 ml.
- 10) Probeta graduada de 100 ml.
- 11) Pipetas volumétricas de 20, 10 y 5 ml.

- 12) Pipetas serológicas de 10, 5 y 1 ml.
- 13) Codos de vidrio de 90° con 0.6 de diámetro.
- 14) Tés de vidrio.
- 15) Frascos goteros.

d).- Reactivos.

1) Solución de 0.25 N de dicromato de potasio: disuelva 12.26g de $K_2Cr_2O_7$, de calidad patrón primero, previamente secado a 103° C por dos horas, en agua destilada y diluya a 1000 ml. Para eliminar la interferencia de nitritos se puede agregar ácido sulfámico en cantidad de 10 mg por cada mg de nitrógeno de nitritos en el matraz de reflujo, a la solución de dicromato.

2) Acido sulfurico concentrado : conteniendo 22 g de Ag_2SO_4 por frasco de 4082.3 g (se requieren 1 ó 2 días para su dilución.

3) Solución 0.10 N de sulfato ferroso amoniacal : disuelva 39 g de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ en agua destilada. Agregue 20 ml de H_2SO_4 concentrado, enfríe y diluya a 100 ml. Esta solución se debe valorar con la solución de $K_2Cr_2O_7$ el día que se vaya a usar.

Valoración:

Diluya 10 ml de la solución a 0.25 N de $K_2Cr_2O_7$ a unos 100 ml. Agregue 30 ml de H_2SO_4 concentrado y deje enfriar. Valore con el sulfato ferroso amoniacal, usando 2 ó 3 gotas del indicador de ferroína.

Normalidad = $\frac{\text{ml de } K_2Cr_2O_7 \times 0.25}{\text{ml de } Fe(NH_4)_2(SO_4)_2}$

4) Indicador de ferroína; disuelva 1.485 g de 1,10-ferroína monohidratada, junto con 0.695 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en agua destilada y diluya a 100 ml. Esta solución se puede adquirir ya preparada.

5) Sulfato de plata en polvo.

6) Sulfato mercurico en cristales, grado analítico.

7) Acido sulfámico.

e) Procedimiento.

1).- Coloque 0.4 g de $HgSO_4$, el cual puede medirse convenientemente con una cuchara No. 638 de Hach Company o igual, en un matraz de reflujo. Agregue 20.0 ml de muestra, o una alícuota diluida a 20.0 ml con agua destilada y mezcle. Luego agregue 10.0 ml de dicromato de potasio y varios trocitos de piedra pómez o perlas de vidrio, los cuales han sido calentados previamente a $600^\circ C$ por 1 hora. Conecte el matraz al condensador. Lentamente agregue 30 ml de H_2SO_4 concentrado que contiene Ag_2SO_4 , a través del condensador, mezclando cuidadosamente mientras se agrega el ácido. Mezcle perfectamente antes de aplicar el calor; si no se hace esto, hay calentamientos locales en el fondo del matraz y la muestra puede ser expulsada del condensador. El uso de 0.4g es suficiente para formar un complejo con 40 mg. de Cl^- ion cloruro 6.2 g/l cuando se usan 20 ml de muestra. Si hay más cloruros se debe agregar más $HgSO_4$ para mantener una proporción $HgSO_4, Cl^-$ de 10; si se desarrolla un ligero precipitado no afecta a la determinación.

Lleve a reflujo por 2 horas (el aparato debe tenerse ya listo con las conexiones de agua corriente). Un período más corto de reflujo puede ser usado para desechos particulares si se encuentra que da la máxima-

DQO. Enfríe y lave el condensador con agua destilada. (Es recomendable usar una pipeta de plástico).

Diluya la mezcla a 150 ml aproximadamente con agua destilada, enfríe a la temperatura ambiente y valore el exceso de dicromato con la solución 0.1 N de sulfato ferroso amoniacal usando ferroín como indicador. Use generalmente 2-3 gotas (0.10-0.15 ml) del indicador.

Aunque la cantidad de ferroín no es crítica, no debe variar en las muestras siguientes. El cambio de color es claro, el cual va del azul verdoso al café rojizo y debe tomarse como punto final aunque el color azul verdoso vuelva a aparecer. Lleve a reflujo un testigo con 20.0 ml de agua destilada en lugar de la muestra, junto con la misma cantidad de los reactivos, cuidando que la ebullición empiece al mismo tiempo que en la muestra.

- 2) Procedimiento alternativo para otras cantidades de muestra. En situaciones particulares, una cantidad de muestra en el ámbito de 10.0 a 50.0 ml puede ser usada con tal que los volúmenes, pesos y normalidades para los otros reactivos, estén en proporción.

Los ejemplos típicos están dados en la siguiente tabla,

Muestra en ml	Dicromato 0.25 N en ml	H ₂ SO ₄ conc. con Ag ₂ SO ₄ en ml	HgSO ₄ en g	Normalidad del Fe(NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂	Volúmen final antes de la titulación en ml.
10	5.0	15	0.2	0.05	70
20	10.0	30	0.4	0.10	140
30	15.0	45	0.6	0.15	210
40	20.0	60	0.8	0.20	280
50	25.0	75	1.0	0.25	350

Los resultados serán satisfactorios si se mantienen estas proporciones.

f).- Cálculo,

$$\text{mg/l de DQO} = \frac{(a-b) c \times \text{meg} \times 10^6}{\text{ml de muestra}} = \frac{(a-b) c \times 8000}{\text{ml de muestra}}$$

Donde:

DQO = Demanda química de oxígeno al dicromato.

a = ml de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ usados para el testigo.

b = ml de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ usados para la muestra.

c = normalidad del $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$.

meq = miliequivalente del oxígeno.

DETERMINACION DEL NITROGENO TOTAL

NITROGENO AMONIAICAL.

a).- Equipo.

- 1) Aparato de destilación (matraz pyrex de 800 - 2000 ml de capacidad adherido a un condensador vertical, arreglado de tal manera que la punta de salida esté sumergida en una solución ácida.
- 2) Potenciómetro, equipado con un electrodo de pH alto.
- 3) Probeta graduada de 100 ml .
- 4) Matraces erlenmeyer de 100 ml.
- 5) Tapones de caucho para los matraces erlenmeyer .
- 6) Pipetas graduadas de 10 ml.
- 7) Matraces volumétricos de 1,000 ml.

b).- Reactivos.

- 1) Agua bidestilada exenta de amoníaco.

Se puede hacer por destilación o por intercambio iónico.

- 2) Solución amortiguadora de fosfatos de pH 7.4

Disuelva 14.3 g de fosfato monopotásico y 68.8 g de fosfato dipotásico y diluya a 1 litro con agua exenta de amoniaco.

3) Solución patrón de amonio.

Disuelva 3.82 g de NH_4Cl anhidro, secado a 100°C , en agua exenta de amoniaco y diluya a 1,000ml ; 1.0 ml = 1.0 mg de N, que a su vez es equivalente a 1.22 mg de amoniaco.

4) Solución normal de amonio.

Diluya 10 ml de la solución patrón de NH_4Cl a 1,000 ml con agua exenta de amoniaco; 1.0 ml = 10.0 μg de N, y a 12.2 μg de NH_3 .

5) Hidróxido de sodio 1 N .

Disuelva 40 g de NaOH en agua exenta de amoniaco y diluya a 1 litro.

6) Acido sulfúrico 1 N .

Agregue cuidadosamente 28 ml de H_2SO_4 concentrado a 500 ml de agua exenta de amoniaco y diluya a 1 litro.

7) Indicador mixto.

Se mezclan 2 volúmenes de rojo de metilo al 0.2 por 100 en alcohol al 95 por 100 con 1 volumen de azul de metileno al 0.2 por 100 en alcohol 95 por 100.

8) Solución de ácido bórico, con indicador.

Se disuelven 20 g de ácido bórico en agua, se agregan 10 ml del indicador mixto y se diluye a 1 litro con agua exenta de amoniaco.

c).- Procedimiento para determinar N amoniacal.

.1) Preparación de la muestra.

Use una muestra de 500ml o una alícuota diluida a 500ml

con agua exenta de amoníaco. Cuando el contenido de nitrógeno amoniacal menor de 100 $\mu\text{g}/\text{l}$ o se hace una determinación de nitrógeno orgánico, después de la determinación de amoníaco, use un volumen de muestra de 1 000 ml. Remueva el cloro residual de la muestra por la adición de un agente de clorador equivalente al cloro residual. Si es necesario, neutralice la muestra a un pH aproximado de 7 con ácido o base diluidos (use un potenciómetro) Agregue 10 ml de la solución amortiguadora de fosfatos. Para muchas muestras de agua este volumen es suficiente para mantener un pH de $7.4^{\pm} 0.2$ durante la destilación. Para muestras que mantienen más de 250 mg de Ca^{++} en la muestra y ajuste el pH a 7,4 con ácido o base. Efectúe los pasos siguientes sin ninguna demora intermedia.

.2) Preparación del equipo.

En un matraz de capacidad apropiada agregue 500 de agua destilada, 10 ml de solución amortiguadora de fosfatos y unas cuantas perlas de vidrio o trocitos para ebullición, limpie con vapor todo el aparato de destilación hasta que el destilado no muestre trazas de amoníaco.

.3) Destilación.

Para reducir la contaminación, pasa vapor por el aparato antes de que se empiece la destilación de la muestra. Vacíe el matraz de destilación, teniendo cuidado de dejar las perlas de vidrio. Vierta la muestra declorada, neutralizada y amortiguada. Destile a una velocidad de 6-10 ml/minuto; con la punta del tubo de salida sumergida en el absorbente y colectando el destilado en un matraz Erlenmeyer de 500 ml que contiene 50 ml del absorbente de ácido sulfúrico o de ácido bórico, use incrementos adicionales de 50 ml de ácido por cada mg de nitrógeno amoniacal destilado. Colecte por lo menos 300 ml del destilado. Quite el destilado colectado, evitando el contacto con el tubo de salida y continúe la destilación 1 o 2 minutos más para limpiar el condensador y el tubo de salida. Diluya a 500 ml con agua exenta de amoníaco.

.4) Titulación

Se titula el amoniaco con H_2SO_4 0.02N, hasta el vire del indicador de un color espliego pálido.

.5) Calculos

mg/l de N amoniacal = $\frac{\text{ml de ácido 0.02N consumido} \times 0.28 \times 1\ 000}{\text{ml de muestra}}$

- Nitrógeno Orgánico -

Método Kjeldahl

(1).- Principio.

El nitrógeno total Kjeldahl incluye la determinación de nitrógeno amoniacal y orgánico, pero no incluye el de nitritos y nitratos. El método es el mismo que se usa para la determinación de nitrógeno orgánico con excepción del paso de la remoción del nitrógeno amoniacal (el cual se excluye).

El nitrógeno orgánico incluye el nitrógeno de los aminoácidos, -- amimas, amida, imidas y nitroderivados. En los aguas residuales -- domésticas está en forma de proteínas o de sus productos de degradación: polipéptidos y aminiácidos, muchos de los compuestos orgãnicos que contienen nitrógeno se derivan del amoniaco, y de la -- destrucción de la materias orgánica por oxidación.

Los cambios que sufre la material al destruirse en el proceso del análisis son :

(1.1).- Se expulsa el agua para dejar que el ácido sulfúrico concentrado ataque la materia.

(1.2).- En el momento que empieza la digestión se forma gran can-

tividad de humos blancos pertenecientes a la ebullición del ácido sulfúrico.

(1.3).- Al deshidratar el ácido sulfurico la materia orgánica la mezcla se vuelve negra.

(1.4).- Al oxidarse el carbón se forman burbujas extremadamente pequeñas debido a la liberación de CO_2 Y SO_2 .

(1.5).- La destrucción es completa cuando la solución es incolora.

(1.6).- La digestión se debe continuar por lo menos durante 20 minutos después de que se clasifiquen las muestras para asegurar la destrucción completa de la materia orgánica.

(2).-Interferencias.

En presencia de gran cantidad de materia libre de nitrógeno, es necesario agregar 50 ml adicionales de la mezcla sulfúrico sulfato mercúrico-sulfato potasico, por cada gramo de material sólido en la muestra.

(3).- Equipo

(3.1).- Aparato de digestión

Está provista de un succionador para remover el vapor de agua y humos de trióxido de azufre o en su defecto una campana.

Los matraces Kjeldahl de 800 ml producen los mejores resultados.

La digestión se debe efectuar con un instrumento de calentamiento adaptado de tal forma que en 5 minutos haga hervir agitadamente 250 ml de agua destilada, partiendo de una temperatura inicial de $25^{\circ}C$. Un aparato con estas condiciones alcanzará un ámbito de tem-

peratura de 344-371 °C que es la deseada para una digestión efectiva.

(3.2).-- Aparato de destilación.-- Consta de un matraz Kjeldahl, una trampa eficiente y un condensador vertical. Las conexiones entre estas unidades pueden hacerse con tubos de hule. Aunque el aparato de destilación calentado con gas puede ser usado, las unidades calentadas eléctricamente a menudo ofrecen una operación más suave y de menos sacudidas. Todo el aparato debe limpiarse con vapor de agua antes de usarse; ésto se logra destilando 500 ml de agua exenta de amoníaco.

(3.3).--Se requiere equipo colorimétrico, cualquiera de los siguientes: -

(3.3.1).-- Espectrofotómetro, para usarse a 400 a 425 mμ, provistos de una trayectoria de luz de 1 cm. o mayor.

(3.3.2).-- Fotómetro de filtro provisto de una trayectoria de luz de 1 cm o mayor y equipado con un filtro violeta que tenga su transmitancia máxima de 400 a 425 mμ.

(3.4).-- Tubos Nessler, pareados, de 50 ml, de forma alta.

(4).-- Reactivos.

Además de varios de los empleados para determinar nitrógeno, son necesarios los siguientes:

(4.1).-- Reactivo de digestión.

Disuelva 134 g. de sulfato de potasio, en 650 ml de agua destilada exenta de amoníaco y 200 ml de ácido sulfúrico concentrado. Agregue, con agitación, una solución preparada por disolución de

2 g de óxido de mercurio rojo, en 25 ml de ácido sulfúrico

6N.

Diluya la solución combinada a un litro. Guarde esta solución a una temperatura arriba de 14°C para evitar la cristalización.

(4.2).- Indicador de fenolftaleína.

Puede usarse ya sea la solución acuosa o la alcohólica.

(4.2.1).- Disuelva 5 g de fenolftaleína disódica en agua destilada exenta de amoníaco y diluya a un litro. Agregue hidróxido de sodio 0.02 N gota a gota hasta que aparezca un color rosa tenue.

(4.2.2).- Disuelva 5 g de fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico al 95% o alcohol isopropílico y agregue 500 ml de agua destilada exenta de amoníaco. Luego agregue NaOH 0.02 N gota a gota hasta que aparezca un color rosa tenue.

(4.3).- Hidróxido de sodio - tiosulfato de sodio.

Disuelva 500 g de NaOH y 25g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada exenta de amoníaco y diluya a 1 litro.

(4.4).- Indicador mezclado.

Disuelva 200 mg de rojo de metilo en 100 ml. de alcohol etílico al 95% o isopropílico. Disuelva 100 mg. de azul de metileno en 50 ml. de alcohol etílico de 95% o isopropílico. Combine las dos soluciones. Prepárese mensualmente.

(4.5).- Solución indicador de ácido bórico.

Disuelva 20 g de H_3BO_3 en agua destilada exenta de amoníaco, agregue 10 ml del indicador mezclado y diluya a litro. Prepara mensualmente.

(4.6).- Acido sulfúrico 0.02 N.

Prepara soluciones patrón aproximadamente 0.1 N por dilución a 2.8 ml de ácido sulfúrico concentrado a 1 litro. Diluya 200 ml de la solución patrón 0.1 N a 1 litro con agua destilado exenta de CO_2 . Valorice el ácido con una solución de carbonato de sodio 0.02 N, la cual ha sido preparada por disolución de 1.06g de Na_2CO_3 anhidro (grado primario estándar) previamente secado a 140°C y diluyendo a un litro con agua destilada exenta de CO_2 . Para mayor exactitud, incorpore el carbonato de sodio en la solución indicadora de ácido bórico para reproducir las condiciones de titulación de la muestra. Una solución exactamente 0.02N de ácido sulfúrico es equivalente a 280 μg de N por 1.00 ml.

(5).- Procedimiento para N Orgánico.

(5.1).- Selección del volumen de muestra.

Coloque una alícuota de la muestra en un matraz Kjeldahl de 800 ml. El volumen de la muestra se puede estimar en la siguiente tablas

Nitrogeno orgánico en la muestra, mg/l	Tamaño de la muestra en ml
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

Si es necesario, diluya la muestra a 300 ml y neutralicela a pH de -7.0

(5.2).- Eliminación del amoniaco.

Agregue 25 ml de la solución amortiguadora de fosfatos y unas - cuantas perlas de vidrio y lleve a ebullición 300 ml. Si se de-- sea, destile esta fracción y determine el nitrógeno amoniacal. - Alternativamente, si el amoniaco ha sido determinado por el méto-- do de destilación, use el residuo en el matraz de destilación -- para la determinación de nitrógeno orgánico.

(5.3).- Digestión.

Enfríe y agregue cuidadosamente 50 ml del reactivo de digestión o sustituya por 10 ml de H_2SO_4 concentrado, con 6.7 g de K_2SO_4 y 1.5 ml de la solución de sulfato mercúrico. Si existe gran canti-- dad de materia exenta de nitrógeno, agregue 50 ml adicionales del reactivo de digestión por cada gramo de material sólido en la - muestra. Después de mezclar, caliente en una campana o con equi-- po de extracción adecuado hasta que los humos de SO_3 desaparez-- can. Continúe la ebullición fuerte, hasta que la solución se cla-- rifique (viene a ser incolora o de un color paja pálido). Luego digiera 30 minutos más. Deje que el matraz y el contenido se en-- fríen diluya a 300 ml con agua exenta de amoniaco, agregue 0.5 ml del indicador de fenolftaleína y mezcle. Inclíne el matraz - y agregue, cuidadosamente, suficiente (aproximadamente 50 ml por cada 50 ml del reactivo de digestión usado) reactivo de hidróxi-- do-tiosulfato para formar una capa alcalina en fondo del matraz. Conecte el matraz al aparato de destilación y agítelo para asegu

rar un mezclado completo. Agregue más hidróxido-tiosulfato de - la manera antes dicha, si el color rojo de fenolftalefina deja de aparecer en esta etapa.

(5.4).- Destilación.

Destile y colecte 200 ml del destilado que se encuentra bajo la superficie de 50 ml de solución de ácido bórico. Use solución - natural de ácido bórico cuando el amoníaco se determine por nesslerización y solución indicadora de ácido bórico para una deter- minación volumétrica. Sumerja la punta del condensador abajo del nivel de la solución de ácido bórico y no permita que la tempera- tura del condensador se eleve de 29^oC. Remueva el destilado y con tinúe la destilación 1 ó 2 minutos más para limpiar el condensa- dor.

(5.5).- Medida final del amoníaco.

Determine el amoníaco por (5.51) nesslerización o por titulación.

(5.5.1) Nesslerización.- Mezcle el destilado cuidadosamente y mi- da una porción de 50 ml o menor. Complete la determinación como se describió en Nitrógeno Amoniacal.

(5.5.2).- Titulación.- Titule el amoníaco en el destilado con áci do sulfúrico 0.02 N hasta que el indicador vire a un color lavan da pálido.

(5.6).- Testigo.

Lleve un testigo a través de todos los pasos del procedimiento y aplique la corrección necesaria a los resultados.

(6).- Titulación final. CALCULOS

$$\text{mg/l de N orgánico} = \frac{(D-E) \times 280}{\text{ml de muestra}}$$

donde: D= ml de H₂SO₄ gastados por la muestra

E= ml de H₂SO₄ gastados por el testigo.

9.- Se enfría en disecador por 30 minutos y se pesa.

CALCULOS:

mg/l de aceites y grasas=mg. brutos de aumento - mg. de residuo del -
disolvente $\frac{\times 1000}{\text{ml de muestra}}$

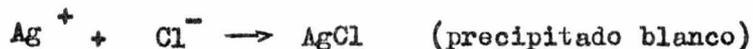
DETERMINACION DE CLORUROS

METODO

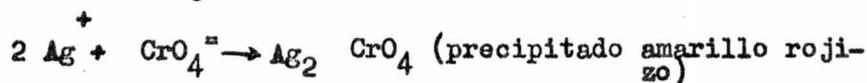
La concentración de cloruros puede ser determinada por métodos -
volumétricos o potenciométricos. Este último se utiliza cuando el color
de las muestras interfiere en la observación precisa del vire en la va-
loración.

a).- Método de Mohr.

En una solución neutra o ligeramente alcalina, se puede usar
el cromato de potasio para indicar el vire en la valoración -
de cloruros con nitrato de plata. Se precipita cuantitativa -
mente el cloruro con nitrato de plata. Se precipita cuantita-
tivamente el cloruro de plata antes de que se forme el cromato
de plata rojo.



Cuando la concentración de iones cloruros tiende a agotarse,
el exceso de iones plata empieza a combinarse con el ion -
cromato del indicador, hasta el punto en que es sobrepasado -
el valor de su producto de solubilidad formándose así el pre-
cipitado amarillo rojizo.



El pH de la muestra al llevar a cabo la valoración, deberá estar comprendido en un ámbito de 7 a 8, debido a que los iones Ag^+ se precipitan como AgOH si el pH es alto, por el contrario si el pH es bajo se tiene que el ion $\text{CrO}_4^{=}$ (cromato) se convierte a $\text{Cr}_2\text{O}_7^{=}$ (dicromato)

b).- Interferencias

No interfieren las sustancias que comúnmente se encuentran en aguas potables. Los bromuros, yoduros y cianuros se registran en concentraciones equivalentes al cloruro. Interfieren los iones sulfato, tiosulfato y sulfito; sin embargo, el sulfito se puede eliminar por tratamiento con peróxido en una solución neutra, mientras que el sulfuro y el tiosulfato se pueden eliminar por tratamiento con peróxido de hidrógeno en solución alcalina. En exceso de 25 mg/l el ortofosfato interfiere por su precipitación como fosfato de plata. En exceso de 10 mg/l el hierro interfiere enmascarando el vire.

c).- Reactivos

- (1) Agua exenta de cloruros: Si es necesario, se eliminan las impurezas por medio de una redestilación o por intercambio iónico
- (2) Indicador de cromato de potasio: Se disuelven 50g. de K_2CrO_4 en un poco de agua destilada. Se agrega solución de nitrato de plata hasta que se forma un precipitado rojo definido. Se deja

DETERMINACION DE FOSFATOS TOTALES

(1) - PRINCIPIO.

El fósforo total contenido en una muestra, incluye todos los fosfatos condensados y ortofosfatos solubles e insolubles, -- así como también las especies orgánicas e inorgánicas, para separar los fosfatos que se encuentran combinados con materia orgánica se aplica el método de digestión al persulfato por ser -- el que da la mejor recuperación de fósforo.

Siguiendo a la digestión el ortofosfato liberado es determinado por el método colorimétrico elegido.

(2) - INTERFERENCIAS.

Estas son las mismas que para el método del cloruro estanoso. -- Debe tenerse en cuenta que la muestra debe analizarse después -- de su recolección tan pronto sea posible, ya que por reposo o -- calentamiento, los polifosfatos decrecen en forma significativa. Puede haber errores en los valores totales de fosfatos y poli-- fosfatos de $0.1 - 0.2 \text{ mg/PO}_4^{\equiv}$ debido a la pequeña cantidad de -- fosfato que se encuentra en la materia orgánica.

(3) - EQUIPO.

Autoclave y olla de presión ($1.0 - 1.35 \text{ kg/cm}^2$) también puede -- usarse una parrilla eléctrica con una superficie de calentamiento de $30 \times 30 \text{ cm}$.

(4) - REACTIVOS.

(4.1) - indicador de fenoftaleína.- Disuelva 5 g de fenoftaleína en 500 ml de alcohol etílico al 95% o isopropílico y agregue -- NaOH 0.02N hasta que aparezca un color rosa tenue.

(4.2) - Solución ácido - concentrada.- Agregue cuidadosamente 300 ml de H_2SO_4 concentrado a 600 ml aproximadamente de agua - destilada y diluya a un litro.

(4.3) - Solución de Persulfato de potasio.- Disuelva 5 g de $K_2 S_2 O_8$ en 100 ml de agua destilada. Prepárese diariamente. -

(4.4) - Solución de hidróxido de sodio IN.

(5) - PROCEDIMIENTO.

Tome 100 ml de la muestra bien mezclada o una alícuota diluida a 100 ml con agua destilada, agregue una gota del indicador de fenoftaleína. Si se desarrolla un color rojo, agregue solución ácido - concentrado gota a gota, hasta que desaparezca el color. Luego agregue un ml de la solución ácido - concentrado y 15 ml de persulfato de potasio.

Lleve a ebullición por lo menos 90 minutos, agregando agua destilada para guardar el volumen entre 25 y 50 ml. Alternativamente, caliente por 30 minutos en una autoclave u olla de presión - a $1.0 \text{ a } 1.35 \text{ kg/cm}^2$.- Enfríe, agregue una gota de fenoftaleína y - neutralice a un color rosa pálido con al solución de hidróxido - de sodio. Lleve el volumen a 100 ml con agua destilada y determine el fósforo presente por el método colorimétrico elegido.

d) Desarrollo de color con cloruro estano (ortofosfatos).

(1.1) - Espectrofotómetro para usarse a 690 m μ para soluciones - acuosas y a 625 m μ en la medición de los extractos de benceno - isobutano.

(1.2).- Aspirador de seguridad.

(1.3).- Cristalería lavada con ácido clorhídrico diluido caliente, enjuagada con agua destilada.

- (2.1) - Indicador de fenoftaleína - Prepárela como se indicó - anteriormente.
- (2.2) - Solución de molibdato de amonio (I) - Disuelva 25g de - $(\text{NH})_6 \text{Mo}_6\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 175 ml de agua destilada. Enfríe, agregue la solución de molibdato y diluya a un litro.
- (2.3) - Solución ácido - concentrada.- Se vierten lentamente 300 ml de H_2SO_4 concentrado a unos 600 ml de agua destilada. Se enfría la solución, se agregan 4 ml de HNO_3 concentrado y se diluye a un litro.
- (2.4) - Solución de cloruro estanos (I).- Disuelva 2.5 g de Sn - $\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de glicerina, caliente a baño María y agite - con un agitador para acelerar la disolución, este reactivo, es - estable y no requiere preservación ni almacenamiento especial.
- (2.5) - Solución patrón de fosfatos.- Disuelva 716.5 mg de fosfa to monopotásico anhidro KH_2PO_4 ' secado en estufa a 105°C , en - agua destilada y diluya a 1,000 ml; 1.00 ml = 0.500 mg de PO_4^{3-} .
- (2.6) - Reactivos para la extracción.
- (2.7) - Disolvente benceno - isobutanol. Mezcle volúmenes igua- les de benceno y alcohol isobutílico. (precaución este solvente es altamente inflamable).
- (2.8) - Solución diluida de molibdato de amonio (II) - Disuelva 40.1 g. de $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7 \text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 500 ml aproximadamente de agua destilada. Agregue lentamente 396 ml del reactivo de molibdato - (I), enfríe y diluya a un litro.

(2.9) - Solución ácido sulfúrico - alcohólica.- Agregue cuidadosamente 20 ml de H_2SO_4 concentrado a 980 ml de alcohol metílico, agitando continuamente.

(2.10) - Solución diluida de cloruro estanoso (II) - Mezcle 8 ml del reactivo de cloruro estanos (I) con 50 ml de glicerina, este reactivo es estable por lo menos 6 meses.

(3) PROCEDIMIENTO

Coloque 40 ml o una alícuota adecuada de muestra en un embudo de extracción graduado de 100 ml y diluya si es necesario, a 40 ml con agua destilada. Agregue 50.0 ml del disolvente bencenoisobutanol y 15.0 ml del reactivo de molibdato (II). Tape el recipiente enseguida y agite vigorosamente por 15 segundos exactamente.

Cualquier demora aumenta la cantidad de polifosfatos, si están presentes, la cual será incluida en el valor de ortofosfatos.

Elimine la capa acuosa (inferior), remueva el tapón y tome 25.0 ml de la capa orgánica separada (superior), usando una pipeta y un aspirador de seguridad. Pase a un matraz volumétrico de 50 ml, agregue 15 a 16 ml de la solución ácido sulfúrico - alcohólica - agite, agregue 10 gotas del reactivo de cloruro estanoso diluido (II), agite y diluya hasta la marca con ácido sulfúrico alcohólico. Mezcle cuidadosamente; después de 10 minutos, pero antes de 30 minutos, lea contra el testigo a 625 m μ . Prepare el testigo - llevando 40 ml de agua destilada por el mismo procedimiento que - la muestra. Lea la concentración de PO_4^{3-} en la curva de calibra-

ción preparada llevando conocidas de fosfatos por los mismos pasos, que las muestras.

(4) -GRAFICA

Prepare una serie de tubos nessler de 100 ml agregando los volúmenes siguientes de la solución patrón de KH_2PO_4 : 0.0, 0.25, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 7.50 y 10 ml. Use una microbureta - de 10 ml graduada en 0.05 ml para medir las cantidades antes mencionadas. Agregue los mismos reactivos y en las mismas cantidades que para las muestras. Prepare un testigo con agua destilada y - los mismos reactivos. Lea el % de transmitancia a 625 m μ de longitud de onda.

(5) -CALCULOS

$$\text{mg/l de PO}_4^{\equiv} = \frac{\text{mg de PO}_4^{\equiv} \text{ gráfica} \times 1,000}{\text{ml de muestra}}$$

DETERMINACION DEL NUMERO MAS PROBABLE

DE GRUPOS COCOLIFORMES

EQUIPO

- 1).- Incubadora
- 2).- Autoclave
- 3).- Contador de colonias
- 4).- Balanza analítica
- 5).- Matraces Erlenmeyer de 500 ml.
- 6).- Pipetas de 1 ml (Esteril)
- 7).- Tubo de dilución (Esteril)

8).- Cajas de Petri (Esteril)

9).- Estufa de esterilización de aire caliente

PROCEDIMIENTO

a).- Preparación del medio de cultivo.

El medio propicio para la determinación del NMP es el medio de ENDO AGAR el cual se prepara de la siguiente forma. Se disuelven 40.15 g en un litro de agua destilada y se mezcla perfectamente, se pone a calentar hasta el inicio de la ebullición esto se hace con el fin de fundir y disolver perfectamente el medio, - Se deja enfriar por unos 5 minutos y se vierte en matraces Erlenmeyer de una capacidad apropiada para su esterilización éstos se preparan con tapones colocados en su boca y encima de éstos, papel aluminio perfectamente adheridos a la boca del matraz. Los matraces se introducen el interior de un autoclave y se esterilizan durante 15 minutos a 121°C.

b).- Vaciado del medio en las cajas Petri.

Ya teniendo nuestro medio esteril y a 45°C se vierte poco a poco esté en el interior de nuestras cajas esteriles teniendo mucho cuidado en no contaminar el medio ni las cajas. Esto se hace de la siguiente manera, se toma la caja de Petri en una mano y se levanta la tapa de ésta con los dedos libres e inmediatamente con la otra mano se introducen los labios del matraz dentro de la caja se vierte en el interior de esta un volumen aproximado de 10 ml, e inmediatamente se cierra la caja. Esta manipulación se efectua cerca de una flama de mechero para evitar posibles contaminaciones.

Se deja enfriar y solidificar el medio durante unos 60 minutos en el interior de las cajas. Durante este periodo es prudente efectuar las diluciones adecuadas para las muestras tomadas, tomando en cuenta el grado de contaminación de estas.

c).- Siembra de placas.

Ya teniendo las placas preparadas y las diluciones, efectuamos la siembra vertiendo volúmenes de 1 ml, 0.1 ml, según sea el grado de contaminación de la muestra original. Esta operación se realiza de la siguiente manera; con una mano se toma la caja de Petri y se introduce en el interior de esta una pipeta con el volumen de dilución seleccionado y se vierte en el centro de la caja, se distribuye homogeneamente la dilución sobre la superficie del medio ayudandonos con una espátula de vidrio perfectamente esteril y se cierra la caja. Esta manipulación se debe efectuar proxima a la flama de un machero para evitar contaminaciones posteriores.

d).- Incubación de las diluciones.

Ya que se tienen las placas sembradas, se introducen en una incubadora a $35 \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante 24 ± 2 horas.

e).- Recuento

Se debe tener como propósito que dos o más placas produzcan un número de colonias semejantes o iguales para tomarse en consideración. Los resultados que se registren deben de ser el promedio de todas las placas que se hayan sembrado con el mismo volumen y con la misma dilución, el recuento se debe efectuar en un equipo contador de colonias Quebec, si no se dispone de éste,

se puede efectuar el recuento con una lente que prorrorcione un aumento de 1.5 del diámetro de la colonia.

Se cuentan como colonias coliformes todas aquellas colonias oscuras que tengan un lustre metálico en su superficie.

f).- Calculos.

$$\text{Colonias coliformes/100 ml} = \frac{\text{N}^{\circ} \text{ de colonias coliformes contadas} \times 100}{\text{ml de muestra}}$$

Las muestras de agua por analizar fueron tomadas de los lugares más importantes y representativos de la Ciudad Universitaria.

Estos lugares fueron escogidos, después de una minuciosa selección basada en la importancia del lugar, desde el punto de vista de ubicación, con respecto a las descargas de agua que a éstos llegan.

Desde el punto de vista de ubicación, se tomo en cuenta que fuesen lugares en donde se pudiesen tomar muestras representativas, tanto en calidad como en cantidad.

Otro de los puntos en los cuales se basó dicha selección fué el numero de personas que directamente efectúan cada descarga y los diferentes usos que éstas le dan al agua antes de ser desechadas.

Los lugares seleccionados fueron los siguientes:

a).- Facultad de Medicina (estacionamiento)

Coordenadas D-8 en el plano 1.

b).- Facultad de Derecho (estacionamiento)

Coordenadas C-4 en el plano 1.

c).- Facultad de Química (patio principal)

Coordenadas E-6 en el plano 1.

d).- Depósito Auxiliar de Descarga (centro)

Coordenadas C -8 en el plano 1.

De cada uno de estos lugares se tomaron varias muestras de agua para su análisis con el fin de comparar los cambios y variaciones que en ellas se presentan.

A continuación mostramos las técnicas usadas para el análisis de las muestras empleadas, tomando en cuenta la procedencia y calidad de éstas.

CAPITULO SEGUNDO

PARTE EXPERIMENTAL

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA TOMA

DE LA MUESTRA.

Antes de efectuar las tomas de muestra, tuve que proveerme del equipo de seguridad que consistía en guantes de hule, lentes y una bata blanca, este equipo fué previamente revisado y aprobado para poder ser usado para este fin.

Preparado con todo el equipo de seguridad y demás utensilios de trabajo, se prosigue a tomar las muestras de agua de la siguiente manera.

Como el flujo de agua no se encontraba próximo a la superficie, tuve que auxiliarme de una cubeta de plástico de 20 litros y de un cordón de este mismo material perfectamente limpios para así poder llegar al mismo flujo de agua.

Con mucho cuidado se baja poco a poco la cubeta hasta quedar completamente sumergida en el mismo seno del flujo de agua. Ya estando completamente llena, se enjuaga repetidas veces con la misma agua. Después se toma un volumen aproximado de 10 litros, los cuales se sacan poco a poco a la superficie.

Ya teniendo dicha cubeta con agua en la superficie, inmediatamente se vacía su contenido a un garrafón de vidrio de cinco litros que con anterioridad se había preparado para este fin.

En el momento en que se derrama el agua del garrafón, para la adición y se cerro con su tapón de rosca. A continuación se coloca una etiqueta con la anotación de la fecha y el lugar de donde se había obtenido la muestra de agua.

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION

DEL OLOR

Esta determinación se efectua en el mismo lugar en
tomó la muestra.

El olor que se percibió de esta agua, fue el olor caracteris-
tico que presenta la materia organica en descomposición. Este olor
se debía primordialmente a la gran cantidad de materia fecal que en
ella se encuentra disuelta y en suspensión.

También fue perceptible el olor del ácido sulfhídrico que es
uno de los olores característicos de las aguas residuales que con-
tienen sulfatos disueltos.

Otro olor que fue perceptible fue el del amoniaco probable-
mente debido a la gran cantidad de orina disuelta en estas aguas.

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION

DEL COLOR

Esta determinación también se llevó a cabo en el mismo lugar
en que se tomo la muestra.

Esta agua presento una coloración amarillo-pardo debido pri-
mordialmente a las substancias orgánicas en descomposición que en ella
se encontraban disueltas.

Al ser filtrada esta agua a través de un buen papel filtro, -
la coloración que anteriormente está presentaba fue totalmente elimi-
nada y dio como resultado una agua clara y casi totalmente transparen
te.

Al analizar detalladamente el papel filtro usado se notó que en el se habian quedado pequeñas cantidades de materias fecal y de basura tales como pedazos de hojas y pequeños pedazos de papel, -- también se encontraron pequeñas piedrecitas retenidas en este papel filtro.

DETERMINACION DEL SABOR

No fue posible por propia seguridad efectuar esta determinación.

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION

DE TEMPERATURA

Para saber exactamente cual era la temperatura del agua de deshecho de Ciudad Universitaria, se efectua esta determinación en el mismo lugar de donde se obtienen las muestras.

Como el lugar no era propicio para hacer la lectura directa sobre el flujo de agua, tuve que auxiliarme de una cubeta y un cordón de plástico para este fin. Lentamente y con mucho cuidado se introduce la cubeta hasta el flujo de agua y se dejo que se llenase totalmente, ya estando completamente llena, con un volumen aproximado de 15 litros la saque rapidamente e introduci en el seno del liquido, un termómetro de mercurio el cual tenía una escala que iniciaba en -10°C y finalizaba en 360°C , cada pequeña division de su escala significaba 1°C . Mantuve el termómetro en el interior del agua durante unos 20 segundos y sin sacarlo de -----

ésta, se lee su temperatura sobre la escala del termómetro.

Lectura obtenida 20°C.

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DEL pH .

Para efectuar esta determinación se toma un volumen de muestra reciente de 200 ml en un vaso de precipitado, el cual se agita por 15 segundos para homogenizar la muestra.

El equipo que se utiliza es un potenciometro tipo E-520 el cual tiene electrodos de vidrio los cuales se limpian perfectamente con agua destilada . Se verifica el potenciometro con dos soluciones patron, una con un pH 7 y otra con pH 4 , al efectuar las correspondientes lecturas se verifica que el potenciometro se encuentre en óptimas condiciones de operación para una temperatura de 20°C.

A continuación se lava y seca perfectamente los electrodos y se sumergen en el interior de la muestra, que se agita levemente. La lectura obtenida en el potenciometro bajo las condiciones antes mencionadas.

Lectura obtenida pH 7.8

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE SOLIDOS TOTALES

FIJOS Y VOLATILES.

Se toma una cápsula de porcelana de aproximadamente 50 ml y se calcina dentro de una mufla durante 20 minutos a una temperatura de 550°C, después de este tiempo se deja enfriar por 20 minutos en

un desecador y ya fría se pesa en una balanza analítica, su peso fue de 40.9755 g.

Posteriormente se agita vigorosamente el recipiente donde se encuentra la muestra y cuando ya esta homogénea se miden 50 ml en una probeta graduada y se pasan a la cápsula previamente tarada. Se coloca la cápsula con agua en el interior de una estufa la cual esta a una temperatura de 105°C y se mantiene en su interior hasta la evaporación total de la muestra. Evaporada totalmente la muestra se saca la cápsula de la estufa y se pone a enfriar en un desecador durante 45 minutos. Ya estando fría y completamente seca la cápsula se pesa en la balanza analítica y su peso en ese momento fue de 40.9925 g.

CALCULOS.

Peso final de la cápsula con sólidos	40.9925
Peso inicial de la cápsula vacía	<u>40.9755</u>
Diferencia en peso	.0170 g

Substituyendo valores en la fórmula tenemos.

$$\text{mg/l de sólidos totales} = \frac{17 \times 1000}{50} = 340$$

SOLIDOS VOLATILES TOTALES



QUIMICA

Después de haber efectuado la pesada de la cápsula con los sólidos que quedaron de la evaporación de la muestra, se toma la cápsula y se coloca en el interior de una mufla que tenía una temperatura de 550°C y se deja calcinar durante 20 minutos, después de este periodo se saca y se enfría en un desecador durante 60 minutos, ya estando completamente fría y seca se pesa en una balanza analítica dando un peso de 40.9880 g.

CALCULOS.

Peso de la cápsula con sólidos antes de calcinar	40.9925
Peso de la cápsula con solidos después de calcinar	<u>40.9880</u>
Diferencia de pesos	.0045 g

Substituyendo valores en la formula.

$$\text{mg/l de sólidos volatiles totales} = \frac{4.5 \times 1000}{50} = 90$$

SOLIDOS FIJOS TOTALES.

Los mg/l de sólidos totales, menos los mg/l de sólidos volátiles totales dan los mg/l de sólidos fijos totales.

CALCULOS.

$$\text{mg/l de sólidos fijos totales} = 340 - 90 = 250$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION

DE SOLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES, FIJOS Y VOLA-

TILES

Primeramente se toma un crisol Gooch de 25 ml y se coloca perfectamente en un matraz de filtración con vacío para que por medio de éste pudiese proporcionarle al crisol la succión adecuada para formar en el la capa de asbesto. La solución de asbesto se prepara disolviendo 10 g. de asbesto en 1 litro de agua destilada. Ya teniendo la solución completamente homogénea se agrega poco a poco al crisol para que con la succión del vacío se forma en ésta la capa de asbesto, en el momento que el espesor de dicha capa era de 2 mm. se para la adición de solución.

Posteriormente se toma el crisol con la capa de asbesto y se coloca dentro de una mufla a una temperatura de 550°C durante 15 minutos

para lograr su calcinación. Después de este período se pone a enfriar dentro de un desecador y ya frío se pesa, su peso fue 18.9519 g.

Se coloca nuevamente el crisol en el matraz de filtración y se conecta al vacío se inicia con todo cuidado la filtración de 100 ml de muestra de agua. Terminada totalmente esta filtración se lava con 50 ml de agua destilada el crisol dejando la succión para un mejor drenado de estas aguas.

Se quita el crisol del matraz de filtración y se coloca dentro de una estufa que tenga una temperatura de 103°C y se deja durante un período de 60 minutos. Después de este período se enfria dentro de un desecador por 15 minutos y frío se pesa, su peso fue de 18.9540 g.

C A L C U L O S

Peso del crisol después del filtrado	18.9540
Peso del crisol antes del filtrado	<u>18.9519</u>
Diferencia en peso	<u>.0021</u>

$$\text{mg/l de sólidos suspendidos totales} = \frac{2.1 \times 1000}{100} = 21$$

SOLIDOS SUSPENDIDOS VOLATILES

Después de efectuar la pesada del crisol con los sólidos suspendidos que quedaron después de la evaporación total de la muestra se tomo el crisol y se coloca en el interior de una mufla que tenia una temperatura de 550°C y así se dejo durante 15 minu

tos para su calcinación. Después de este período se enfria dentro de un desecador durante 20 minutos y frío se pesa, su peso fue de 18.9534 g.

CALCULOS

Peso del crisol con sólidos antes de calcinar	18.9540
Peso del crisol con sólidos después de calcinar	<u>18.9534</u>
Diferencia de peso	<u><u>0.0006</u></u>

Substituyendo valores en la fórmula

$$\text{mg/l de sólidos suspendidos volátiles} = \frac{0.6 \times 1000}{100} = 6$$

SOLIDOS SUSPENDIDOS FIJOS

Los mg/l de sólidos suspendidos totales, menos los mg/l de sólidos suspendidos volátiles, dan las mg/l de los sólidos suspendidos fijos.

CALCULOS

$$\text{mg/l de sólidos suspendidos fijos} = 21 - 6 = 15$$

SOLIDOS DISUELTOS TOTALES

Los sólidos disueltos totales se pueden obtener de la diferencia de los mg/l de sólidos totales y los mg/l de sólidos suspendidos totales.

CALCULOS

$$\text{mg/l de sólidos disueltos totales} = 340 - 21 = 319$$

SOLIDOS SEDIMENTABLES

Una muestra de agua de 5 litros se agita para homogenizarla; se vierte lentamente en una probeta de 1000 ml una cantidad -

igual de muestra, ya estando la probeta aforada a 1 litro se deja reposar durante una hora y después de este período se observa que los sólidos sedimentables se deposita en el fondo de la probeta y se toma la lectura de la cantidad de estos sólidos.

Lectura obtenida 0.8 ml/1

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION

DE: ALCALINIDAD

Se toman 100 ml de muestra lo más clara posible en un frasco Erlenmeyer de 250 ml. A continuación se le agrega 0.1 ml (2 gotas) de indicador de fenolftalina y agita la muestra sin haberse presentado ninguna coloración, a continuación se agregan 0.1 ml (2 gotas) de indicador de anaranjado de metilo e inmediatamente la muestra toma una coloración amarillenta. Iniciar la titulación de la muestra agregando gota a gota la solución de HCl 0.1 N.

Al agregar poco a poco la solución del HCl 0.1 N se nota que la coloración de la muestra cambia a una coloración canela no persistente, la coloración canela permanente se presenta cuando se gastan 4.32 ml de HCl 0.1 N de la bureta; en ese momento se para la titulación ya que esta llega a su fin.

CALCULOS

Alcalinidad total como mg/1 de $\text{CaCO}_3 = \frac{B \times N \times 50 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$

B= ml totales de ácido valorado usados para la titulación del 2º vire

N= Normalidad del ácido.

Substituyendo valores

B= 4.32 ml

N= 0.1 N

$$\text{mg/l de CaCO}_3 = \frac{4.32 \times 0.1 \times 50000}{100} = 216 \text{ mg/l}$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION
DE CLORUROS

Se toman 100 ml de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, como de antemano se sabe que la muestra contiene una determinada cantidad de sulfuros los cuales nos pueden afectar dandonos resultados erróneos se procede a eliminarlos, llevando la muestra a un pH-9 con hidróxido de sodio y comprobando con fenoftaleina, hasta tomar una coloración rosa.

A continuación se adicionan 1 ml de agua oxigenada al 30% y se agita durante 3 minutos. Despues se neutraliza a un pH-7.5 con solución de ácido sulfúrico 1 N y se agita. Ya neutra se le adiciona 1 ml de indicador de cromato de potasio.

Se inicia la titulación con la solución de AgNO_3 0.014 N , el inicio de ésta se forma un precipitado blanco lechoso, debido a la formación del AgCl . Al continuar con esta misma, este precipitado cambia de color poco a poco debido a que se estan agotando los Cl^- reaccionantes con la Ag^+ y este ion Ag^+ tiende a reaccionar con el ion $\text{CrO}_4^{=}$ dando un precipitado amarillo-rojizo. En cuanto se tiene toda la muestra de color amarillo-rojizo se para la titulación. Para hacer los calculos se debe de llevar un testigo por todos los pasos anteriores.

CALCULOS.

$$\text{mg/l de Cl}^- = (A-B) N \times 35.4 \times \frac{1000}{\text{ml de muestra}}$$

En donde:

A= ml de AgNO_3 gastados para la muestra.

B= ml de AgNO_3 gastados para el testigo.

N= normalidad del AgNO_3 .

Substituyendo valores:

A= 17 ml

B= 0.3 ml

N= 0.0141

$$\text{mg/l de Cl}^- = \frac{(17 - 0.3) \cdot 0.0141 \times 35450}{100} = 83.49$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE
SULFATOS.

Se toman 100 ml de muestra los cuales se filtran através de un papel filtro para así eliminar la mayor cantidad de sílice posible para que esta no interfiera en los resultados finales.

El filtrado se recibe en un matraz Erlenmeyer de 250 ml el cual se acidula con 2 ml de ácido HCl 1+1 , se verifica que el pH sea ácido con el indicador rojo de metilo. A continuación se calienta hasta ebullición el filtrado y se le agrega de gota en gota y con agitación 5 ml de la solución de cloruro de bario, se deja reposar 24 horas para que se efectue una precipitación completa.

Después de este período de reposo se filtra el precipitado através de un papel filtro de cenizas conocidas. Se lava el precipitado con pequeñas porciones de agua destilada tibia hasta que los lavados esten exentos de cloruros, según se observe en la prueba con la solución de nitrato de plata-ácido nítrico.

Se deposita el filtro con precipitado en un crisol el cual previamente se ha tarado y se calcinan en el interior de una mufla a 800°C durante 30 minutos. Después de este tiempo de calcinación se saca el crisol de la mufla e inmediatamente se coloca dentro un desecador para su enfriamiento, ya frío se pesa para conocer cual es su peso en este momento.

Valores obtenidos:

Peso del crisol	40.9729
Peso de las cenizas del papel filtro	.5344
peso total	<u>41.5073</u>
Peso del crisol con precipitado	41.5113

Diferencia de pesos

Peso del crisol con precipitado	41.5113
Peso del crisol y cenizas del filtro	<u>41.5073</u>
diferencia	.0040 g

CALCULOS

$$\text{mg/l de SO}_4^{\text{m}} = \frac{\text{mg de BaSO}_4 \times 411.5}{\text{ml de muestra}}$$

Substituyendo valores:

$$\text{mg/l de SO}_4^{\text{m}} = \frac{4 \times 411.5}{100} = 16.46$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE:

ACEITES Y GRASAS

Se toma un embudo de separación de 2 litros perfectamente limpio y sin ninguna traza de grasa en su interior. En un vaso de precipitado de 1.5 litros, se coloca un volumen de muestra de un litro, el cual se pasa cuidadosamente al interior del embudo de separación. Ya estando la muestra en el embudo se acidula ésta con 5 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4 1 + 1) y mezcla cuidadosamente con la muestra, dándole una pequeña agitación.

A continuación se lava el vaso de precipitado con 15 ml de éter de petróleo, los cuales se adicionan al embudo, a continuación se agregan otros 25 ml de éter y se tapa, agitándolo vigorosamente durante 2 minutos, y deja reposar durante 10 minutos, después de este tiempo la muestra presenta 2 fases, la superior que es fase gelatinosa y con burbujas de aire, ésta la fase eteria, la cual contiene gran parte de los aceites y grasas que anteriormente estaban disueltas en el agua. La fase inferior presenta un aspecto acuosa, se decanta al vaso de precipitado.

La fase eteria se pasa a un matraz de destilación limpio y tarado previamente.

Se pasa nuevamente la fase acuosa del vaso de precipitado al embudo de separación y efectua un segundo lavado al vaso, con 15 ml de éter, los cuales se agregan al embudo de separación, al cual se le adicionan otros 25 ml de eter, se tapa y agita vigorosa

mente durante 2 minutos, se deja reposar 10 minutos, y después de este período nuevamente se separa dos fases, la superior es la fase eteria y la inferior la fase acuosa. Se decanta la fase acuosa al vaso de precipitado y la fase eteria se adiciona al matraz de destilación. Se lave perfectamente el embudo de separación con 20 ml de éter, los cuales se adicionan al matraz de destilación.

Ya teniendo un volumen aproximado de 100 ml de extracto eterio en el matraz de destilación se inicia la destilación de éste en baño maría, durante 90 minutos. Cuando queda aproximadamente 10 ml de extracto eterio en el matraz se desconecta el refrigerante y sigue evaporando el extracto durante 45 minutos más, ya evaporado completamente todo el extracto, se nota que en el matraz queda un pequeño precipitado de color café.

Posteriormente se coloca el matraz en un desecador durante 30 minutos en posición horizontal para que se eliminen los vapores del disolvente. Ya frío y a peso constante se saca el matraz del desecador y el aumento de peso del matraz tarado se debe principalmente al contenido de aceites y grasas disueltas en la muestra de agua.

CALCULOS

Peso final del matraz con residuo	74.4716
Peso inicial del matraz de destilación	74.3062
	<u>.1654</u>
Peso del residuo del éter de petróleo	0.0001 g.
Substituyendo valores en la fórmula tenemos	

$$\text{mg/l de aceite y grasas} = \frac{(165.4 - 0.1) \times 1000}{1000} = 165.3$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE:

OXIGENO DISUELTO

Se toma un volumen de muestra de 300 ml y vierten en un frasco especial para DBO, se adicionan 2 ml de sulfato manganoso ($Mn SO_4$) con una pipeta graduada cuidando que la punta de la misma penetre en el seno mismo de la muestra.

A continuacion se agrega 2 ml del reactivo denominado alcali-yoduro-nitruro, que es una solución de hidróxido de sodio ($NaOH$) yoduro de potasio (KI) y nitruro de sodio (NaN_3); esta adición se efectua de la misma forma que el reactivo anterior.

Al terminar de efectuar esta adición se forma un ligero precipitado café inmediatamente se tapa el frasco DBO y agita vigorosamente durante 30 segundos, después se deja en reposo 15 minutos en una oscuridad total.

Después de los 15 minutos de reposo se observa un ligero aumento de precipitado el cual se disuelve introduciendo en el seno del líquido una pipeta por la cual se vierten 2 ml de ácido sulfúrico concentrado se tapa el frasco y se invierte repetidas veces para disolverlo más rápido.

Al estar disuelto completamente el precipitado queda una solución ligeramente amarilla la cual se pasa a un frasco Erlenmeyer de 500 ml al cual se agrega 2 ml de la solución de almidón y toma una coloración azul.

Se inicia la titulación agregando gota a gota la solución de tiosulfato de sodio 0.025 N, al agregar poco a poco más ml de tiosul-

fato la solución fué perdiendo poco a poco su coloración azul, esta coloración desaparece totalmente cuando se han adicionado 5 ml de tiosulfato quedando una solución de color amarillo pajá.

C A L C U L O S

Valores obtenidos

N= 0.025 N

ml de tiosulfato gastado = 5 ml

volumen de la muestra $\frac{300}{(300 - 4)} = \frac{300}{X}$

$$1.0135 = \frac{300}{X} \quad X = \frac{300}{1.0135} = 296 \text{ ml}$$

Eq= 8

Substituyendo valores:

$$\text{mg/l de OD} = \frac{5 \times 0.025 \times 1000}{296} = 3.38$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE LA DEMANDA BIO- QUIMICA DE OXIGENO

Lo primero que se preparo para iniciar la determinación fue el agua de dilución la cual se prepara de la siguiente manera. Se vierte en un matraz aforado de un litro un volumen aproximado de 500 ml de agua destilada a la cual se agrega un ml de cada una de las soluciones amortiguadoras de fosfatos, sulfato de magnesio, de cloruro de calcio y de cloruro férrico y afora el matraz a un litro de agua destilada y se agita durante 1 minuto.

Ya teniendo lista el agua de dilución se inicia la dilución adecuada de la muestra la cual se efectua de la siguiente manera.

En una probeta graduada de 1000 ml se hace sifon hacia ésta unos 300 ml de agua de dilución y después con mucho cuidado se agregan 18 ml de la muestra y termina de diluirla hasta un volumen de 600 ml de cual se mezcla con un agitador de vidrio evitando cualquier arrastre de aire.

A continuación se hace el sifon de la dilución mezclada a 2 frascos para DBO, uno para incubación y otra para determinación de la OD inicial en la mezcla.

El primero de los frascos se cierra perfectamente e introduce en el interior de una incubadora a una temperatura de 20° C para que permanezca en esta 5 días para que después de este período se determine la OD en este frasco.

A el segundo frasco se determina en ese momento la demanda inmediata de oxigeno de la siguiente manera:

Se destapa el frasco y se agregan dos mililitros de la solución de $MnSO_4$ y después 2 ml del reactivo alcali-yoduro-nitruro, haciendo ambas adiciones en el seno del líquido a través de una pipeta se vuelve a colocar el tapón con cuidado y se mezcla por inversión. Cuando se sedimente el precipitado total, se destapa el frasco y se agrega con cuidado 2 ml de H_2SO_4 conc. a través de una pipeta que llegaba al fondo del frasco. Se tapa nuevamente el frasco y mezcla por inversión hasta la disolución completa del precipitado.

A continuación se pasan 100 ml de esta solución a un matraz Erlenme

ver de 500 ml y se le agregan 2 ml de solución de almidón como indicador tomando una coloración azul. Inmediatamente se inicia su titulación con la solución de tiosulfato de sodio 0.025N, la cual al irle agregando poco a poco esta solución a la muestra esta va cambiando de color, pues se va perdiendo el color azul poco a poco se para la titulación cuando la muestra vira del azul a un color paja pálido persistente, esto se presenta con un volumen gastado de 3.2 ml de tiosulfato. Después de los 5 días de incubación del segundo frasco se efectúan los mismos pasos anteriores sobre éste para saber el OD que tenía éste después de 5 días. Los ml gastados de tiosulfato para el segundo frasco fueron 1.3 ml.

CALCULOS

DILUCION	Normalidad del tiosulfato
600 ml ----- 100	$N = \frac{20 \text{ ml} \times 0.025}{20.1} = 0.025$
18 ml ----- X	
$\frac{1800}{600} = x = 3\%$	$\text{Factor} = \frac{0.025 \times 8 \times 1000}{98.7} = 2.01$
$D_1 = 3.2 \times 2.01 = 6.464$	$\text{DBO} = \frac{6.464 - 2.613}{0.03} = 128 \text{ mg/l}$
$D_2 = 1.3 \times 2.01 = 2.613$	

FORMULA

$$\text{DBO} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

P = Fracción decimal de la muestra usada.

D_1 = OD de la muestra diluida después de 15 minutos de su preparación

D_2 = OD de la muestra diluida después de la incubación.

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE LA
DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO

En un matraz de destilación de 500 ml colocar 1 g. de $HgSO_4$, a continuación adicionar 4 ml de muestra de agua y diluir a 50 ml con agua destilada y mezclar por 2 minutos.

A continuación adicionar 25 ml de dicromato de potasio y varias perlas de vidrio, la solución toma una ligera coloración amarillo-naranja y se mezcla, conectar el matraz al condensador y por medio de éste adicionar lentamente 75 ml de ácido sulfúrico concentrado, que contiene sulfato de plata para aumentar la eficiencia de la oxidación, mezclar perfectamente la solución antes de aplicarle el color, ya que están perfectamente homogénea, se pone a reflujo durante dos horas.

Después de este período dejar enfriar la solución y lavar con agua destilada el condensador, para así recuperar lo que hubiese quedado a lo largo de éste. A continuación separar con cuidado el matraz del condensador y diluir la muestra hasta 350 ml con agua destilada y se mezcla con cuidado durante 5 minutos.

Ya fría y homogénea, se adicionan 3 gotas de indicador de ferroin y se agita, dando como resultado una coloración azul-verdosa, inmediatamente se inicia la titulación del sobrante del dicromato de potasio que ha quedado en la muestra sin reaccionar. La titulación se efectúa adicionando poco a poco, a la muestra solución de sulfato ferroso amoniacal, cuya normalidad es de 0.247 N la cual, al adicionarla, la muestra cambia de coloración hasta llegar a un café-rojizo permanente, que indica el final de la titulación.

Después se prosigue con la titulación del testigo, que se prepara con 50 ml de agua destilada y todos los demás reactivos utilizados para la muestra original.

CALCULOS

FORMULA

$$\text{mg/l de DQO} = \frac{(a-b) c \times 8000}{\text{ml de muestra}}$$

En donde:

a= ml de $\text{Fe} (\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$ gastados para el testigo

b= " " " " " " " la muestra

c= Normalidad del $\text{Fe} (\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$

VALORES ENCONTRADOS:

a= 9.7 ml

b= 9.2 ml

c= 0.247

ml de muestra = 4

Substituyendo a valores:-

$$\text{mg/l de DQO} = \frac{(9.7 - 9.2) 0.247 \times 8000}{4} = 247$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION

DE NITROGENO TOTAL

a).- Nitrogeno amoniacal.

Primeramente se lava el equipo de destilación haciendo destilar en éste 100 ml de agua destilada exenta de amoniaco. Ya limpio y exento de toda traza de amoniaco se ponen en el matraz Kjeldahl, 100 ml de muestra la cual se acidula con unas gotas de ácido sulfú

para tener un pH de 7.0 , se le agregan 25 ml de solución reguladora de fosfatos para así poder mantener durante toda la destilación este mismo pH.

A continuación se diluye la muestra con 375 ml de agua destilada y se agita durante 2 minutos y coloca en el extremo izquierdo del refrigerante, en el otro extremo se recoge el condensado, se coloca un matraz de 500 ml con 50 ml de solución de ácido bórico de concentración conocida con indicador, se verifica con mucho cuidado que el tubo por el cual se descargan las gotas de condensado quede perfectamente sumergido en el seno del ácido bórico.

Ya teniendo todo el equipo preparado se inicia la destilación de la muestra. Después de un tiempo aproximado de 90 minutos de estar destilando y haber obtenido un volumen de destilado de 300 ml, se quita el matraz del refrigerante y se nota que el ácido bórico presenta una coloración morada . A continuación se inicia la titulación adicionando gota a gota la solución valorada de ácido sulfúrico 0.02 N, al agregar poco a poco al destilado este cambia del color morado a un color verde, este color es permanente cuando se han gastado 5.2 ml de H_2SO_4 0.02 N.

FORMULA:-

$$\text{mg/l de nitrogeno amoniacal} = \frac{\text{ml de } H_2SO_4 \text{ gastados} \times 0.28 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Substituyendo valores.

$$\text{mg/l de nitrogeno amoniacal} = \frac{5.2 \times 0.28 \times 1000}{100} = 14.56$$

b).- Nitrogeno Orgánico.

Después de la determinación del nitrogeno amoniacal, el nitrogeno orgánico se determina de la siguiente manera.

Se usa para esta determinación el residuo sobrante de la cuantificación del nitrogeno amoniacal, este residuo es de 200 ml los cuales se dejan en el matras Kjendahl, al que se le adicionan 50 ml del reactivo ácido-sulfato y se agita durante 2 minutos.

A continuación se coloca el matraz en un equipo digester previsto con un dispositivo de succión para así poder eliminar los vapores de agua y los humos de trióxido de azufre que se desprenden al estar digiriendo la muestra. Se ponen a digerir los residuos durante 60 minutos a ebullición completa. Al inicio de ésta se forman gran cantidad de humos blancos de SO_3 y que poco a poco la muestra va tomando una coloración obscura, debido a el ataque del H_2SO_4 sobre la materia orgánica; la destrucción es completa - cuando la solución nuevamente se clarifica, ya estando clara se deja todavia 30 minutos más a digestión.

Casi todo el volumen se ha evaporado y solamente quedan unos 8 ml en el matraz, se dejan enfriar y ya frios se les adicionan 300 ml de agua exenta de amoníaco y se mezcla durante 2 minutos. Se adicionan 50 ml de la solución de hidroxido de sodio-tiosulfato de sodio sin agitar.

Después se coloca el matraz en el extremo izquierdo del refrigerante del equipo de destilación, en el otro extremo se coloca un matraz de 500 ml con 50 ml de solución de ácido bórico con —

indicador en el cual se recibe el destilado. Se verifica que el tubo por el cual se descargan los condensados, este bien sumergido - en el seno del ácido.

Ya teniendo el equipo listo se inicia la destilación, esta dura aproximadamente 90 minutos en los cuales se obtienen 200 ml de destilado. Se dejan enfriar e inicia su titulación con solución de ácido sulfúrico 0.02 N , al agregar el ácido bórico este cambia de color del morado a un color lavanda pálido, este cambio es permanente y total cuando se llevan gastados 9.0 ml del ácido sulfúrico, en ese momento termina la titulación.

Se hace una prueba testigo con agua destilada en las mismas condiciones que de la muestra original, en la que se gastaron 0.4 ml del ácido sulfúrico 0.02 N .

FORMULA:-

$$\text{mg/l denitrogeno orgánico} = \frac{(a - b) \times 2.8 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Donde: a = ml de H₂SO₄ 0.02 N gastados para la muestra.

b = " " " " " el testigo.

Substituyendo valores:

$$\text{mg/l de nitrogeno orgánico} = \frac{(9.0 - 0.4) \times 2.8 \times 1000}{100} = 24.08$$

Como el nitrogeno total es igual a la suma de el amoniacal y el orgánico, se tiene que.

Nitrogeno amoniacal	14.56
Nitrogeno orgánico	<u>24.08</u>
	38.64 mg/l

Por lo tanto en la muestra de agua hay 39 mg/l de nitrogeno total.

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE

FOSFATOS TOTALES.

Se toman 100 ml de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 ml y se le adiciona 1 gota del indicador de fenoftaleina y no da ninguna coloración. Después se adiciona 1 ml de solución ácido concentrado y 15 ml de persulfato de potasio y se agita.

A continuación se lleva a ebullición la solución por un período de 90 minutos, agregando agua destilada para guardar su volumen entre 40-50 ml. Después de este período se coloca el matraz con solución en el interior de una olla de presión, la cual se pone a calentar por 30 minutos a una presión de 1.2 kg/cm². Se saca el matraz de la olla y se deja enfriar a temperatura ambiente y ya frío se le adiciona 1 gota de fenoftaleina y se neutraliza a un color rosa pálido con solución de hidróxido de sodio y se afora a 100 ml con agua destilada.

De esta solución se toman 40 ml con una pipeta y se pasan a un matraz de 250 ml con tapón esmerilado y se adicionan 50 ml del disolvente benceno-isobutanol y 15 ml de solución de molibdato (II), se tapa y agita vigorosamente durante 15 segundos. Se destapa el matraz y se extraen 25 ml de la capa del disolvente orgánico con una pipeta y un aspirador de seguridad los cuales se pasan a un matraz aforado de 50 ml y se les adicionan 16 ml de la solución de ácido sulfúrico-alcohol y se mezclan por 1 minuto. A continuación se adiciona 1 ml de la solución diluida de cloruro estanoso (II) y agita, diluyendola posteriormente hasta el aforo con solución

de ácido sulfúrico-alcohol.

Se mezcla bien y después de 20 minutos se lee contra el testigo a 625 mμ en un espectrofotometro. El testigo se prepara llevando 40 ml de agua destilada a través del mismo procedimiento que la muestra.

Se lee finalmente la concentración de PO_4^{\equiv} en la curva de calibración preparada con anterioridad, llevando una serie de patrones de fosfatos a través de todos los pasos del procedimiento analítico que se le da a la muestra.

C A L C U L O S

FORMULA:-

$$\text{mg/l de } \text{PO}_4^{\equiv} = \frac{\text{mg de } \text{PO}_4^{\equiv} \text{ en gráfica} \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Valores obtenidos:- ml de muestra = 40 ml

absorbancia leída = 1.3

mg de PO_4^{\equiv} leídos en gráfica = 0.158

Substituyendo valores:-

$$\text{mg/l de } \text{PO}_4^{\equiv} = \frac{0.158 \times 1000}{40} = 3.95 \approx 4$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION

DEL: NUMERO MAS PROBABLE DE GRUPOS COLIFORMES

a).- Manera como se prepara el medio.

El medio utilizado es el medio Endo-Agar por ser un medio específico para el cultivo de los grupos coliformes, la composición química de este medio es.

Fosfato dibásico de potasio	3.5 g.
Triptona peptona	10.0 g.
Agar	15.0 g.
Lactosa	10.0 g.
Sulfato de sodio	2.5 g.
Fucsina básica	0.5 g.

Se pesan 20.7 g. del medio y disuelven en 500 ml de agua destilada se llevan hasta el inicio de la ebullición, agitándolo constantemente para que la solución sea lo más homogénea posible. Se deja enfriar a una temperatura de 40°C. Ya estando frío se vierte en partes iguales en dos matraces Erlenmeyer de 500 ml cada uno.

Ya teniendo los 2 matraces con el medio, se tapan estos con tapones de algodón y se cubren con papel aluminio adherido perfectamente a las bocas de los matraces.

Teniendo preparados los matraces los coloca en el interior de una olla de presión con agua tapada perfectamente se inicia su calentamiento lentamente lo cual produce un aumento paulatino de la presión interior de la olla, en el momento en que la presión es de 1.3 kg/cm², que corresponde a una temperatura de 121°C, se baja un poco la flama del mechero y mantiene esta presión durante 15 minutos que es el tiempo de esterilización requerido para el medio empleado.

Después de este período se apaga el mechero y deja que poco a poco baje la presión de la olla, ya sin presión se destapa y deja enfriar un poco los matraces en el interior de la olla.

b).- Vaciado del medio.

Se toma 16 cajas de Petri perfectamente limpias y esteriles para iniciar el vaciado del medio en estas, con ayuda de un mechero Bunsen el cual proporciona una flama de 15 cm de altura, esto se hace con el fin de tener una área al rededor estéril de un diametro de 30 cm aproximadamente, en la cual se va a efectuar las maniobras correspondientes al vaciado del medio.

Ya teniendo todo el equipo listo se inicia el vaciado del medio de la siguiente manera. Se toma en la mano derecha un matraz con medio e introduce al interior de la zona esteril, ya estando en esta, se destapa cuidadosamente, en la mano izquierda se toma una caja de Petri que también se lleva a la zona esteril, ya estando en esta se destapa un poco y efectúa en esta zona lentamente el vaciado del medio, cuando llevaba vertidos unos 10 ml de medio en el interior de la caja se para la adición y se cierra rápidamente la caja y se coloca en un lugar limpio y seguro, inmediatamente sin sacar de la zona estéril el matraz se toman las demás cajas y efectua la misma operación anterior, hasta terminar con el vaciado total del medio. Ya teniendo todas las cajas con el medio se deja solidificar en éstas durante un período de 2 horas.

c).- Diluciones de la muestra.

Para efectuar las diluciones, primeramente se prepara el agua de dilución de la siguiente manera se toman 10 tubos de ensaye limpios y vierte en cada uno 9 ml de agua destilada, se les coloque un tapón de algodón a cada uno y se le pone a esterilizar en una olla a pre-

si6n durante 30 minutos a una presi6n de 1.2 kg/cm².

Ya teniendo los tubos con agua est6ril se enumeran del 1 al 10 y colocan en una gradilla de madera.

A continuaci6n se enciende el mechero con el fin de que 6ste proporcione una 6rea est6ril en donde se van a efectuar las diluciones. Ya teniendo todo el equipo listo se toma el recipiente con la muestra de agua y agita repetidas veces para homogenizarla, ya homog6nea se introduce el recipiente a la zona est6ril producida -- por la flama del mechero, en esta zona se destapa el recipiente y -- se toma con una pipeta esteril de 2 ml; 1ml de la muestra el cual -- se vierte en el tubo de ensayo marcado con el n6mero uno y agita -- un poco, despu6s de est6 tubo se toma .1 ml y vierte al tubo marcado con el n6mero dos y agita un poco, y de este tubo n6mero dos se -- toma .1 ml y se adiciona al tubo n6mero tres y as6 sucesivamente -- hasta terminar con los 10 tubos.

Por lo tanto:

Tubos	Vol. para sembrar	Diluci6n
Tubo No. 1	.1 ml	1 x 10 ⁻³
" 2	.1 ml	1 x 10 ⁻⁵
" 3	.1 ml	1 x 10 ⁻⁷
" 4	.1 ml	1 x 10 ⁻⁹
" 5	.1 ml	1 x 10 ⁻¹¹
" 6	.1 ml	1 x 10 ⁻¹³
" 7	.1 ml	1 x 10 ⁻¹⁵
" 8	.1 ml	1 x 10 ⁻¹⁷
" 9	.1 ml	1 x 10 ⁻¹⁹
" 10	.1 ml	1 x 10 ⁻²¹

d).- Siembra sobre las cajas.

Teniendo las adiluciones y caja con cultivo listas se inicia la siembra sobre las cajas de la siguiente manera.

Las diluciones seleccionadas para ser inoculadas en las cajas con el medio son las de los tubos 4,5,6,7,8,9 y como se va a inocular tres cajas con una misma dilución se toman 18 cajas con medio ya solidificado.

A continuación se prepara una zona esteril, que proporciona una flama de 15 cm , en la cual se efectuan la inoculaciones.

Ya teniendo la zona esteril, se toma el tubo núm. 4 y de este se toma .3 ml de agua con una pipeta de 1 ml completamente esteril y llevando una de las cajas al interior de esta zona, se destapa un poco e inmediatamente se hace penetrar la punta de la pipeta en su interior y vierte .1 ml en el centro de la caja y se cierra inmediatamente. Se toma otras 2 cajas y se vierte en cada .1 ml de agua de esta misma dilución.

De esta manera y con mucho cuidado se efectua todas las inoculaciones de los demás tubos en las cajas.

e).- Incubación.

Ya teniendo totalmente todas las cajas inoculadas y adecuadamente rotuladas, se introducen al seno de una incubadora la cual tiene una temperatura de 34°C y se dejan incubar por un período de 48 h.

f).- Conteo de colonias.

Después de terminado el período de incubación se sacan las cajas. Las cajas inoculadas con la dilución 1×10^{-11} presentan una -

distribución bastante homogénea de colonias y por este motivo se toman estas cajas como punto de referencia para obtener el número más probable de grupos coliformes.

Inmediatamente se toma cada una de estas cajas y efectúa el conteo de las colonias sobre un contador Quebec.

Se cuentan como colonias coliformes aquellas que presentan un color obscuro y tiene un lustre metálico superficial.

Resultados obtenidos en las 3 cajas inoculadas con la dilución 1×10^{-11}

Caja No. 1	- - - - -	4 colonias coliformes
" 2	- - - - -	3 " "
" 3	- - - - -	4 " "

Por lo tanto el promedio es $\frac{11}{3} = 3.75$ colonias cada caja

CALCULOS

Tomando en cuenta la dilución se tiene:

$$\text{Colonias coliformes -/1 ml} = \frac{3.75}{1 \times 10^{-11}} = 3.75 \times 10^{+11}$$

$$\text{Colonias coliformes -/100 ml} = \frac{3.75 \times 100}{1 \times 10^{-11}} = 375 \times 10^{+11}$$

PROCEDIMIENTO EFECTUADO PARA LA DETERMINACION DE
NUMERO MAS PROBABLE DE GRUPOS COLIFORMES FECALES

Para efectuar esta determinación se utilizan las 3 cajas inoculadas con la dilución 1×10^{-11} .

Se toma una de estas cajas y destapa con mucho cuidado, ya abierta se raspa con un tubo capilar estéril una de las colonias oscuras con lustre metálico.

Este pequeño raspado que se efectúa sobre la colonia de coli, es

para tomar una pequeña porción de esta.

Ya teniendo una parte de las colonias en la punta del tubo capilar, se lleva y deposita sobre un porta objetos y se le disuelve con unas gotas de agua destilada, ya disuelta se coloca en un cubre objetos y se seca perfectamente.

Se lleva el porta objetos a un microscopio y observa con un objetivo que aumente 600 veces más el tamaño original de los microorganismos que estos son unos pequeños bacilos de color oscuro, característicos del grupo de coli fecales.

Inmediatamente se coloca en la parte superior del microscopio una cámara fotográfica polaroid y se les toman varias fotografías.

Posteriormente se comparan las fotografías tomadas con otras anteriormente tomadas de coli fecales y verifica que las fotos tomadas son muy semejantes casi iguales, con las de los coli fecales esto indica que mis colonias oscuras con brillo metálico estaban formadas por coli fecales.

Por lo tanto:

CALCULOS

Número más probables de grupos coliformes fecales /100 ml.

$$375 \times 10^{+11}$$

CAPITULO TERCERO

GRAFICAS Y RESULTADOS

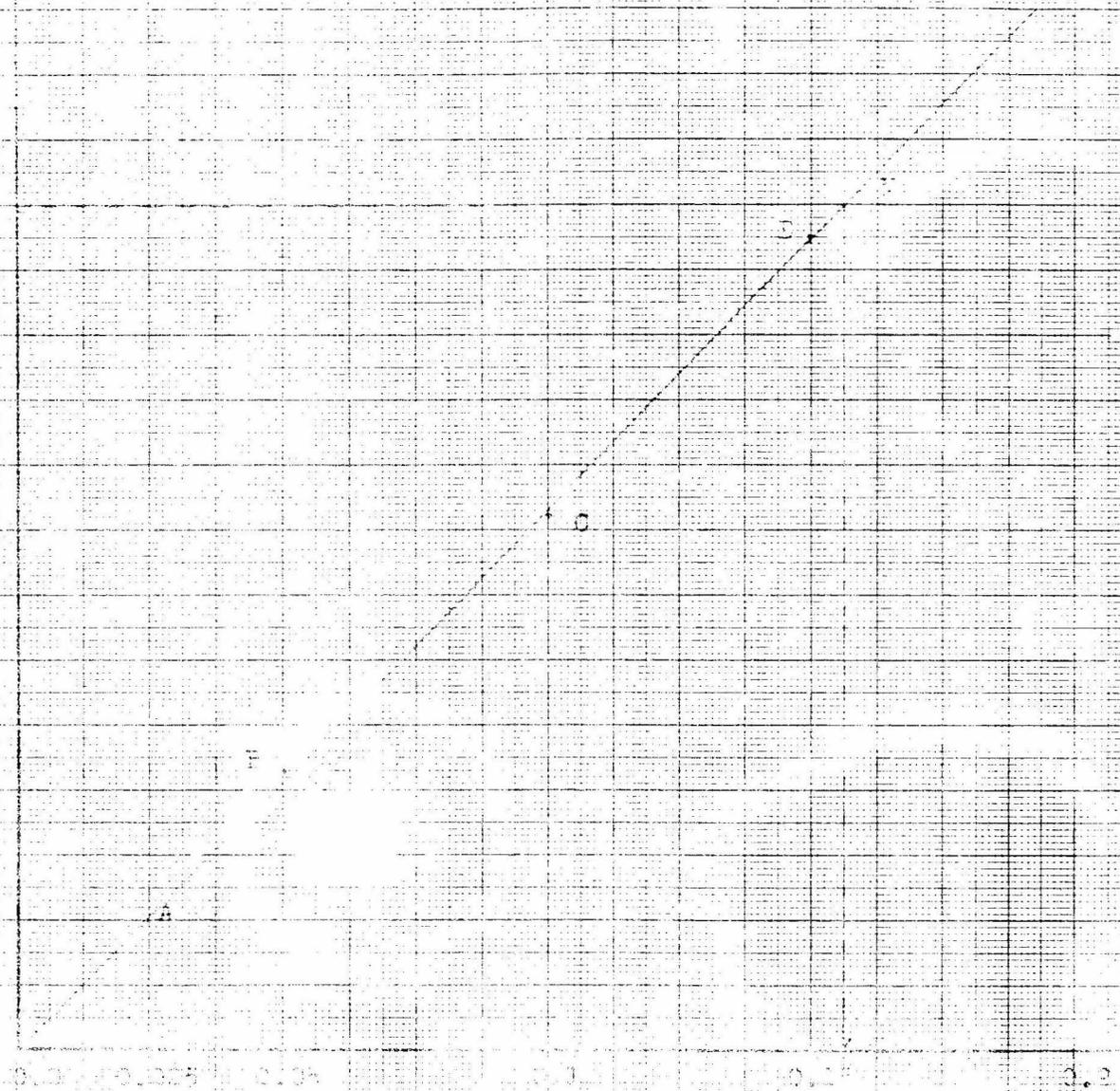
•

•

Ab-erbuung
 1. 2. 3. 4. 5. 6. 7. 8. 9. 10. 11. 12. 13. 14. 15. 16. 17. 18. 19. 20. 21. 22. 23. 24. 25. 26. 27. 28. 29. 30. 31. 32. 33. 34. 35. 36. 37. 38. 39. 40. 41. 42. 43. 44. 45. 46. 47. 48. 49. 50. 51. 52. 53. 54. 55. 56. 57. 58. 59. 60. 61. 62. 63. 64. 65. 66. 67. 68. 69. 70. 71. 72. 73. 74. 75. 76. 77. 78. 79. 80. 81. 82. 83. 84. 85. 86. 87. 88. 89. 90. 91. 92. 93. 94. 95. 96. 97. 98. 99. 100.

Ab-erbuung

1. 2. 3. 4. 5. 6. 7. 8. 9. 10. 11. 12. 13. 14. 15. 16. 17. 18. 19. 20. 21. 22. 23. 24. 25. 26. 27. 28. 29. 30. 31. 32. 33. 34. 35. 36. 37. 38. 39. 40. 41. 42. 43. 44. 45. 46. 47. 48. 49. 50. 51. 52. 53. 54. 55. 56. 57. 58. 59. 60. 61. 62. 63. 64. 65. 66. 67. 68. 69. 70. 71. 72. 73. 74. 75. 76. 77. 78. 79. 80. 81. 82. 83. 84. 85. 86. 87. 88. 89. 90. 91. 92. 93. 94. 95. 96. 97. 98. 99. 100.



| Tetraeder | |
|------------|-------|
| Ab-erbuung | Cons |
| A=0.20 | 0.325 |
| B=0.43 | 0.55 |
| C=0.72 | 0.80 |
| D=1.25 | 1.15 |
| E=1.0 | 1.55 |

0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.6 0.7 0.8 0.9 1.0

Valores obtenidos de la muestra del depósito General
del día 12-III-75

| | |
|---|-----------------------------------|
| 1.- Temperatura | 20°C |
| 2.- Potencial de hidrogeno | 7.8 |
| 3.- Residuos totales por evaporación | 340 mg/l |
| 4.- Residuos totales fijos | 250 mg/l |
| 5.- Residuos totales volatiles | 90 mg/l |
| 6.- Materia total suspendida | 21 mg/l |
| 7.- Materia total suspendida fija | 15 mg/l |
| 8.- Materia total suspendida volatil | 6 mg/l |
| 9.- Materia disuelta | 319 mg/l |
| 10.- Solidos sedimentables | 0.8 ml/l |
| 11.- Alcalinidad | 216 mg/l CaCO ₃ |
| 12.- Aceites y grasas | 165 mg/l |
| 13.- Cloruros | 73 mg/l |
| 14.- Sulfatos | 17 mg/l |
| 15.- Fosfatos totales | 4 mg/l |
| 16.- Nitrogeno total | 39 mg/l |
| 17.- Oxigeno disuelto | 3.38 mg/l |
| 18.- Demanda química de oxigeno | 247 mg/l |
| 19.- Demanda bioquímica de oxigeno | 127 mg/l |
| 20.- Número probable de grupos coliformes | 4 x 10 ⁺¹³ para 100 ml |
| 21.- Número más probable de coli fecales | 4 x 10 ⁺¹³ para 100 ml |

- - -

Valores obtenidos de las muestras del día 23-IV-75

| Analisis | Fac. Derecho | Fac. Medicina | Fac. Quimica | Depósito Gral |
|-------------------------------|----------------------------|----------------------------|---------------------------|----------------------------|
| Temperatura | 20°C | 19°C | 19°C | 20°C |
| Potencial de hidrogeno (pH) | 8.35 | 8.2 | 6.6 | 8.2 |
| S. totales per evaporación | 588 mg/l | 424 mg/l | 440 mg/l | 312 mg/l |
| S.t.per evaporación fijas | 438 mg/l | 324 mg/l | 376 mg/l | 150 mg/l |
| S.t.per evaporación volátiles | 150 mg/l | 100 mg/l | 64 mg/l | 162 mg/l |
| Materia total suspendida | 23 mg/l | 35 mg/l | 23 mg/l | 25 mg/l |
| M. total suspendida fija | 18 mg/l | 27 mg/l | 19 mg/l | 17 mg/l |
| M. total suspendida volátil | 5 mg/l | 8 mg/l | 4 mg/l | 8 mg/l |
| Materia disuelta | 565 mg/l | 389 mg/l | 417 mg/l | 287 mg/l |
| Sólidos sedimentables | 1.8 ml/l | 3.1 ml/l | 1.2 ml/l | 1.3 ml/l |
| Alcalinidad | 191 mg/l CaCO ₃ | 176 mg/l CaCO ₃ | 66 mg/l CaCO ₃ | 227 mg/l CaCO ₃ |
| Aceites y grasas | 62 mg/l | 110 mg/l | 88 mg/l | 148 mg/l |
| Cloruros | 142 mg/l | 114 mg/l | 116 mg/l | 87 mg/l |

| | | | | |
|-------------------------------|--------------------|--------------------|-----------------|--------------------|
| Sulfatos | 15 mg/l | 25 mg/l | 184 mg/l | 15 mg/l |
| Fosfatos | 4 mg/l | 4.2 mg/l | 8 ng/l | 5 mg/l |
| Nitrógeno total | 41 mg/l | 58 mg/l | 50 mg/l | 43 mg/l |
| Oxígeno disuelto | 4 mg/l | 3.8 mg/l | 3.9 mg/l | 3.9 mg/l |
| Demanda química de oxígeno | 163 mg/l | 217 mg/l | 289 mg/l | 219 mg/l |
| Demanda bioquímica de oxígeno | 184 mg/l | 230 mg/l | 81 mg/l | 145 mg/l |
| Grupos coliformes | 6×10^{11} | 4×10^{17} | 4×10^5 | 8×10^{13} |
| Celi-fecales | 6×10^{11} | 4×10^{17} | 4×10^5 | 8×10^{13} |

.....

Valores obtenidos de las muestras del día 25-XI-75

| Análisis | Fac. Derecho | Fac. Medicina | Fac. Química | Depósito Gral |
|--------------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| Temperatura | 16°C | 17°C | 18°C | 19°C |
| Potencial de hidrogeno (pH) | 8.9 | 8.0 | 8.9 | 8.2 |
| S.totales per evaporación | 627 mg/l | 430 mg/l | 470 mg/l | 320 mg/l |
| S.t. per evaporación fijas | 490 mg/l | 351 mg/l | 384 mg/l | 202 mg/l |
| S.t. per evaporación volátiles | 137 mg/l | 79 mg/l | 86 mg/l | 118 mg/l |
| Materia total suspendida | 21 mg/l | 30 mg/l | 20 mg/l | 23 mg/l |
| M.total suspendida fija | 18 mg/l | 27 mg/l | 15 mg/l | 18 mg/l |
| M. total suspendida volátil | 3 mg/l | 3 mg/l | 5 mg/l | 5 mg/l |
| Materia disuelta | 606 mg/l | 400 mg/l | 450 mg/l | 297 mg/l |
| Sólidos sedimentables | 2.4 ml/l | 2.9 ml/l | 1.3 ml/l | 2.2 ml/l |
| Alcalinidad | 492 mg/l CaCO ₃ | 179 mg/l CaCO ₃ | 195 mg/l CaCO ₃ | 135 mg/l CaCO ₃ |
| Aceites y grasas | 60 mg/l | 78 mg/l | 97 mg/l | 118 mg/l |
| Cloruros | 193 mg/l | 96 mg/l | 151 mg/l | 88 mg/l |

| | | | | |
|-------------------------------|--------------------|--------------------|-----------------|--------------------|
| Sulfatos | 12 mg/l | 60 mg/l | 74 mg/l | 19 mg/l |
| Fosfatos | 3.1 mg/l | 5.1 mg/l | 7.3 mg/l | 4.8 mg/l |
| Nitrógeno total | 47 mg/l | 51 mg/l | 42 mg/l | 3.9 mg/l |
| Oxígeno disuelto | 4.2 mg/l | 4.0 mg/l | 3.8 mg/l | 3.9 mg/l |
| Demanda química de oxígeno | 151 mg/l | 187 mg/l | 312 mg/l | 231 mg/l |
| Demanda bioquímica de oxígeno | 211 mg/l | 224 mg/l | 117 mg/l | 189 mg/l |
| Grupos coliformes | 6×10^{13} | 3×10^{16} | 8×10^8 | 4×10^{13} |
| Coli-fecales | 6×10^{13} | 3×10^{16} | 8×10^8 | 4×10^{13} |

Valores obtenidos de las muestras del día 26-XII-75 (vacaciones)

| Analisis | Fac. Derecho | Fac. Medicina | Fac. Químicas | Depósito Gral |
|--------------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Temperatura | 18°C | 18°C | 19°C | 19°C |
| Potencial de hidrogeno (pH) | 7.5 | 7.2 | 7.3 | 7.6 |
| S. totales por evaporación | 108 mg/l | 82 mg/l | 76 mg/l | 42 mg/l |
| S.t. por evaporación fijas | 76 mg/l | 68 mg/l | 61 mg/l | 11 mg/l |
| S.t. por evaporación volátiles | 28 mg/l | 14 mg/l | 15 mg/l | 11 mg/l |
| Materia total suspendida | 8 mg/l | 12 mg/l | 5 mg/l | 5 mg/l |
| M. total suspendida fija | 6 mg/l | 8 mg/l | 4 mg/l | 4 mg/l |
| M. total suspendida volátil | 2 mg/l | 4 mg/l | 1 mg/l | 1 mg/l |
| Sólidos sedimentables | 0.4 ml/l | 0.5 ml/l | 0.3 ml/l | 0.2 ml/l |
| Alcalinidad | 35 mg/l CaCO ₃ | 30 mg/l CaCO ₃ | 26 mg/l CaCO ₃ | 60 mg/l CaCO ₃ |
| Aceites y grasas | 13 mg/l | 21 mg/l | 17 mg/l | 27 mg/l |
| Cloruros | 26 mg/l | 19 mg/l | 20 mg/l | 6 mg/l |

| | | | | |
|-------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Sulfates | 5 mg/l | 11 mg/l | 13 mg/l | 6 mg/l |
| Fosfates | 0.12 mg/l | 0.29 mg/l | 0.4 mg/l | 0.31 mg/l |
| Nitrógeno total | 30 mg/l | 33 mg/l | 29 mg/l | 37 mg/l |
| Oxígeno disuelto | 3.9 mg/l | 4 mg/l | 3.9 mg/l | 3.9 mg/l |
| Materia disuelta | 100 mg/l | 70 mg/l | 71 mg/l | 37 mg/l |
| Demanda química de oxígeno | 34 mg/l | 41 mg/l | 51 mg/l | 47 mg/l |
| Demanda bioquímica de oxígeno | 64 mg/l | 72 mg/l | 68 mg/l | 89 mg/l |
| Grupos coliformes | 4×10^7 | 3×10^8 | 2×10^8 | 4×10^8 |
| Celi-fecales | 4×10^7 | 3×10^8 | 2×10^8 | 4×10^8 |

CAPITULO CUARTO

CONCLUSIONES

C O N C L U S I O N E S

En general durante el desarrollo de esta tesis se ha indicado detalladamente los métodos y las técnicas usadas, como también todas aquellas recomendaciones pertinentes para las diferentes operaciones.

Por lo que, a continuación se presentan las conclusiones más importantes, tomando en cuenta los resultados obtenidos.

De los resultados encontrados, se puede observar que las muestras de agua tomadas del depósito general (que es el lugar en donde se unen todas las aguas de desecho de Ciudad Universitaria) presentan características propias e independientes, con respecto a las demás muestras también analizadas.

Esto demuestra que no por ser ésta el agua resultante de todas las descargas, debe forzosamente reunir todos los elementos disueltos en ellas, ni tampoco contener la suma total de todos éstos elementos.

Por lo tanto, esto indica que existe una gran diferencia de calidad y cantidad entre el agua resultante y la descargada en cada una de las diversas facultades.

Esto nos demuestra que el agua desechada en cada una de las facultades sufre un cambio continuo y permanente durante su recorrido hacia el depósito auxiliar en donde éstas se reúnen.

Estos cambios se deben primordialmente a que dentro de las tuberías del drenaje se efectúan o se continúan reacciones químicas entre los elementos disueltos, los cuales llegan a precipitar durante -

su recorrido o también son volatilizados debido a las condiciones -
climatológicas del medio ambiente, y ello nos muestra el porque - -
de la gran variación entre un análisis y otro.

Por otro lado si se observa detalladamente cada uno de los re-
sultados de cada uno de los análisis realizados, se puede ver que -
éstas aguas nos están indicando y representan el tipo de actividad -
y población que está directamente efectuando cada una de estas des-
cargas.

Y como se tiene conocimiento que dentro de la Ciudad Universi-
taria no existe ninguna factoría, ni tampoco se llevan a cabo proce-
sos químicos en donde se deshechen cantidades considerables y perma-
nentes de materiales tóxicos, no fué prudente efectuar el análisis -
de éstos.

En consecuencia las determinaciones y cuantificaciones realiza-
das en esta tesis, son las de mayor importancia y significación des-
de el punto de vista de calidad del agua que nos ocupa.

Por último, se hace notar que los valores obtenidos de los aná-
lisis efectuados, están sujetos a cambios y modificaciones, ya que -
éstos van en función directa al incremento de la población y de las -
condiciones climatológicas del medio ambiente según la época del año.

- - -
- -
-

BIBLIOGRAFIA.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- APHA, AWWA, WPCF .- Métodos Estándar para el examen de Aguas y Aguas de Desecho.

Editorial Interamericana, S.A. 11^a edición --- México- 1963

- 2.- ANALISIS DE AGUAS Y AGUAS DE DESECHO: Manual del curso

Volumen I- Secretaria de
Recursos Hidráulicos.

- 3.-Hall W.T. - ANALISIS CUALITATIVO.- Tomo I

ANALISIS CUANTITATIVO.- Tomo II

Editorial UTEHA - México- 1949.

- 4.- Hope P. - APUNTES DE TRATAMIENTO DE AGUAS

Facultad de Química U.N.A.M. - 1973

- 5.- Marrison W.F. and Mc.Cance M.E. - LABORATORY METHOD IN MICROBIOLOGY

Academic Press In. London - 1966

- 6.- Morrison and Boyd.- ORGANIC CHEMISTRY.

Allyn and Bacon Inc. 3rd. Edition--- Boston - 1974

- 7.- Orozco D.F.- ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO.

Editorial Purrua . Tercera Edición- México- 1949

- 8.- Rakoff H. and Noiman C.R.- QUIMICA ORGANICA FUNDAMENTAL.

Editorial Limusa - Wiley S.A. México.- 1973

- 9.- Rochin J. - MANUAL DE QUIMICA APLICADA.

Editorial Rorez. Segunda Edición 1966.

- 10.- Villavecchia V.- QUIMICA ANALITICA APLICADA II

Editorial Gustavo Gili,S.A. Tercera Edición- Barcelona-1963.