



**Universidad Autónoma de Sinaloa**  
**Escuela de Ingeniería de Mazatlán**

Licenciatura en Ingeniería Civil

Edición 2023

**Laboratorio de Ingeniería Sanitaria**



Edición 2023

# CONTENIDO

	Página
1. Introducción	5
2. Normas del Laboratorio	6
3. AgR-01      Determinación de Sólidos en todas sus formas	7
4. AgR-02      Determinación de Oxígeno Disuelto	12
5. AgR-03      Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno	19
6. AgR-04      Determinación de Alcalinidad	30
7. AgR-05      Determinación de Acidez	39
8. AgR-06      Determinación de Nitrógeno Total (NTK)	45
9. AgR-07      Determinación de Fósforo Total	53
10. AgR-08     Determinación de Grasas y aceites	61

# 1. INTRODUCCIÓN

El presente manual de prácticas cubre una necesidad del sector estudiantil y de la propia Facultad, ya que hace necesario que se encuentren impresas, ordenadas y sistematizadas, acorde a los avances programáticos desarrollados en el aula.

Este manual está dirigido al área de Ingeniería Ambiental, a los alumnos del octavo semestre de la carrera de Ingeniería Civil, los cuales encontrarán un apoyo fundamental para aplicar los conocimientos adquiridos en el aula.

Los principales objetivos de este manual de prácticas son: introducir al alumno en el amplio campo experimental de la Ingeniería Ambiental, que desarrolle su carácter crítico a la hora de juzgar la exactitud y precisión de los datos experimentales y enseñarles las técnicas de laboratorio, de forma que adquieran habilidades en el análisis de calidad del agua de plantas de tratamiento de aguas residuales como de aguas superficiales y subterráneas.

Los análisis que se realizarán se encuentran distribuidos de la siguiente manera para cubrir las prácticas que se refieren a la caracterización de las aguas residuales: determinación de sólidos en todas sus formas, determinación de oxígeno disuelto, determinación de la demanda bioquímica de oxígeno, determinación de acidez y alcalinidad, determinación de nitrógeno total (NTK), determinación de fósforo total y determinación de grasas y aceites.



## 2. NORMAS DEL LABORATORIO

1. Usar siempre bata y dependiendo de los experimentos que se van a desarrollar también se aconseja el uso de lentes de protección.
2. No fumar ya que es peligroso porque hay materiales y vapores inflamables; además de que se contamina el ambiente.
3. No ingerir alimentos o bebidas en el laboratorio.
4. No usar el material de laboratorio como recipiente para comer o beber. Porque siempre hay posibilidad de contaminar los alimentos, con sustancias tóxicas y/o corrosivas.
5. Lavar las manos periódicamente.
6. Mantener el área de trabajo perfectamente limpia.
7. En caso de accidente, aún leve, avisar de inmediato al profesor.
8. Realizar el experimento siguiendo el instructivo. No hacer modificaciones sin consultar antes al profesor. El probar haber que pasa puede resultar en serios accidentes.
9. Leer las etiquetas antes de usar los reactivos. Nunca regresar el reactivo sin usar al frasco. Si se tomó en exceso, dejar el exceso para otro estudiante o trasvasarlo a un frasco y etiquetarlo.
10. Calentar lentamente el material de vidrio. Cuando se caliente un líquido en un tubo de ensayo o en otro recipiente nunca apuntar la boca hacia uno mismo o hacia un compañero.
11. Nunca probar el sabor de un reactivo. Cuando se necesite oler un reactivo, no hacerlo directamente del recipiente, abanicar con la mano los vapores y entonces oler.
12. Nunca verter agua sobre un ácido concentrado. Siempre agregar lentamente el ácido sobre el agua mientras se mezclan.
13. Si se desprenden gases durante un experimento, realizarlo bajo la campana de extracción.
14. Verter los reactivos líquidos que ya no sirven en los recipientes que indique el profesor.
15. No tirar sólidos por la tarja.



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA  
FACULTAD DE INGENIERÍA**

**AgR-01 DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS EN TODAS SUS  
FORMAS**

**METODO: GRAVIMETRICO Y**

**METODO: VOLUMETRICO (Sólidos Sedimentables)**

**1. OBJETIVO**

Establecer el método gravimétrico para determinar en aguas sólidos totales, suspendidos y disueltos con sus respectivas fracciones, y el método volumétrico para determinar sólidos sedimentables.

**2. CAMPO DE APLICACIÓN**

Los métodos gravimétricos y volumétricos (para sólidos sedimentables) son aplicables a cualquier tipo de aguas de origen residual, industrial, agropecuario y municipal, así como en aguas naturales superficiales, subterráneas y marinas.

**3. IMPORTANCIA SANITARIA**

Los sólidos pueden afectar negativamente a la calidad del agua o a su suministro de varias maneras. Las aguas con abundantes sólidos disueltos suelen ser de inferior potabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable al consumidor ocasional. Por estas razones, para las aguas potables es deseable un límite de 500 mg/L de sólidos disueltos. Las aguas altamente mineralizadas tampoco son adecuadas para muchas aplicaciones industriales o incluso resultan estéticamente insatisfactorias. Los análisis de sólidos son importantes en el control de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales, y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertido.

**4. REFERENCIAS**

Los métodos aquí descritos se complementan con:

- MANUAL DE MUESTREO, MEDICIONES DE CAMPO EN CUERPOS DE AGUA Y DESCARGA DE AGUAS RESIDUALES.

**5. FUNDAMENTO**

Sólidos son los materiales suspendidos o disueltos en aguas limpias y aguas residuales. Se llaman **SÓLIDOS TOTALES (ST)** a los residuos de material que

quedan en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a temperatura definida. Los sólidos totales incluyen los SÓLIDOS TOTALES SUSPENDIDOS (SST), o porción de sólidos totales retenida por un filtro, y los SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES (SDT), o parte de sólidos totales que atraviesa el filtro.

Se conoce como SÓLIDOS FIJOS al residuo que queda después de calcinar en mufla a los sólidos totales suspendidos o disueltos: STF, SSF o SDF. A la parte perdida durante esta calcinación se le llama SÓLIDOS VOLÁTILES: STV, SSV, o SDV.

En la determinación de sólidos fijos y sólidos volátiles, no hay distinción entre materia orgánica e inorgánica, porque la pérdida de peso por calcinación incluye también pérdida por descomposición o volatilización de algunas sales minerales.

Por otra parte, se llama SÓLIDOS SEDIMENTABLES (SSed) al material que se desprende de la suspensión en un período determinado. Los análisis de sólidos en general son importantes en el control de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales, y para evaluar el cumplimiento de las normas ecológicas o de las condiciones especiales que regulan su descarga.

Para la determinación de ST, se evapora una muestra homogénea a 103 – 105° C, en una cápsula previamente puesta a peso constante.

Para determinar SSed se utiliza el método volumétrico que requiere solamente de un cono Imhoff.

## **6. PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO**

Colectar la muestra en botellas de plástico o vidrio refractario, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente. El análisis debe realizarse lo antes posible y el único preservativo que se aconseja es la refrigeración de la muestra a 4°C, para reducir al mínimo la descomposición microbiológica de los sólidos.

## **7. INTERFERENCIAS**

La temperatura de secado incide en gran medida en los resultados, debido a que las pérdidas de peso derivadas de la volatilización de materia orgánica, el agua ocluida, el agua de cristalización y los gases a partir de la descomposición inducida por el calor, así como las ganancias producidas por la oxidación, dependen de la temperatura y tiempo de calentamiento.

Los sólidos secados a 103 – 105° C pueden retener agua de cristalización y agua ocluida. Como resultado de la conversión del bicarbonato en carbonato, habrá una pérdida de CO<sub>2</sub>. La pérdida de material orgánico por volatilización será por lo general muy ligera.

Los sólidos a 180° C perderán casi toda el agua ocluida, pero puede permanecer un poco de agua de cristalización, especialmente cuando hay sulfatos. Los



resultados para sólidos ricos en grasas y aceites pueden ser cuestionables debido a la dificultad que supone el secado a peso constante en un tiempo razonable.

El agua fuertemente mineralizada puede ser higroscópica y requerir un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesado rápido. La grasa y el aceite flotantes deberán dispersarse con un mezclador antes de separar una muestra para análisis. Puesto que un exceso de sólido en la cápsula puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que no proporcione un residuo mayor de 200 miligramos.

## 8. EQUIPO Y MATERIAL

### 8.1. Equipo

- Horno para trabajar a 103 - 105 °C
- Balanza analítica

### 8.2. Material

- Cápsulas de porcelana con capacidad para 100 mL
- Desecador provisto de desecante (sílica gel) con indicador, placa de porcelana y grasa en la tapa.
- Conos Imhoff con gradilla
- Agitadores de vidrio
- Pizeta
- Probeta graduada de 100 y 200 mL

## 9. PROCEDIMIENTO

### 9.1. Sólidos totales (ST)

9.1.1. Preparación de la cápsula.- Si se van a medir sólidos volátiles, calcinar una cápsula limpia a  $550 \pm 50^\circ\text{C}$  durante una hora en una mufla. Si solamente se medirán sólidos totales, séquese en la estufa a  $103 - 105^\circ\text{C}$  durante una hora. Enfriar en desecador y pesar inmediatamente antes de usar. [Peso A].

9.1.2. Análisis de la muestra.- Seleccionar un volumen de muestra que proporcione entre 2.5 y 200 mg de sólidos. Transferir este volumen de muestra homogénea a la cápsula previamente pesada y llevar a evaporación en el horno de secado. Secar la muestra evaporada durante una hora como mínimo, a  $103 - 105^\circ\text{C}$ , enfriar en desecador y pesar. Repetir el ciclo hasta peso constante, variación menor de 0.5 mg: [Peso B].

### 9.2 Sólidos sedimentables (SSed)

Agitar vigorosamente la muestra original a fin de asegurar una distribución homogénea de los sólidos suspendidos. Llenar un cono de Imhoff hasta la marca de un litro y dejar sedimentar durante 45 minutos. Una vez transcurrido ese tiempo, remover suavemente las paredes del cono con un



agitador o por rotación para que se incorporen a la muestra los sólidos adheridos a las paredes y dejar reposar la muestra otros 15 minutos.

### 9.3. Cálculos

#### 9.2.1. Sólidos Totales (ST)

$$\text{mg/L de sólidos totales} = \frac{(B - A) \times 1,000}{V}$$

Donde:

B = Peso B en mg (inciso 9.1)

A = Peso A en mg (inciso 9.1.1.)

V = Vol. de muestra en mL (inciso 9.1.2.)

### 9.4. Sólidos Sedimentables (SSed)

El volumen de sólidos sedimentables por litro se lee directamente en el cono Imhoff y se expresa en mL/L. Si la materia sedimentada contiene bolsas de líquido entre partículas gruesas, evalúese el volumen de aquéllas y réstese del volumen de sólidos sedimentados. El límite inferior práctico de la medición, depende de la composición de la muestra y, en general, es del orden de 0.1 a 1.0 mL/L.

En caso de producirse una separación de materiales sedimentables y flotables, no deben valorarse estos últimos como material sedimentable.

## 10. BIBLIOGRAFIA

- APHA, AWWA, "Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales".- 1a. Edición en Español.- Editado por Díaz de Santos, S. A., Madrid, 1992.- Método 2540.- Págs. 2-78 a 2-88.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.- "Análisis de Agua. Determinación de Sólidos".- NOM-AA-34-1981.-Incisos 1,7,8 y 9.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.- NOM - AA - 20 - 1980.- Incisos 1 y 8.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.- NOM - AA - 4 - 1977.- ncisos 1 y 7.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.-"Aguas. Determinación de sólidos disueltos totales".- NOM - AA - 20 - 1980.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.- "Method of test for setteable matter of water".- DGN - AA - 4 - 1977.

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**  
**REPORTE DE LA PRÁCTICA**

**Nombre de la práctica**

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_  
Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

**RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y COMENTARIOS**

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_\_\_ No \_\_\_\_\_

Comentarios \_\_\_\_\_

**Nombre del Instructor:**

**Firma**

**Sello**

# UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA

## FACULTAD DE INGENIERÍA

### AgR-02 DETERMINACIÓN DE OXÍGENO DISUELTO

MA-FQ-27 METODO: WINKLER MODIFICACION AZIDA DE SODIO

#### 1. OBJETIVO

Establecer el método yodométrico para determinar oxígeno disuelto en aguas, utilizando la modificación azida de sodio.

#### 2. CAMPO DE APLICACION

La modificación de azida de sodio es la más eficaz para determinar oxígeno disuelto en residuos tratados biológicamente y muestras de DBO incubadas. Es aplicable también en aguas naturales y residuales que no contengan sulfito, tiosulfato, politionato, cantidades apreciables de cloro o hipoclorito. Asimismo, no es aplicable en muestras con contenido de sustancias orgánicas las cuales sean fácilmente oxidadas en una solución altamente alcalina o que se oxidan por el yodo libre en una solución ácida, ni en muestras altamente coloreadas. Por otra parte, el método yodométrico no sirve para pruebas de campo, ni se puede adaptar fácilmente al control continuo para determinación IN SITU del oxígeno disuelto.

#### 3. IMPORTANCIA SANITARIA

Los niveles de oxígeno disuelto en aguas naturales y residuales dependen de la actividad física, química y bioquímica del sistema de aguas. La determinación del oxígeno disuelto es una prueba clave en la contaminación del agua y control del proceso de tratamiento de aguas residuales.

#### 4. REFERENCIAS

El método aquí descrito se complementa con:

- MANUAL DE MUESTREO, MEDICIONES DE CAMPO EN CUERPOS DE AGUA Y DESCARGA DE AGUAS RESIDUALES.

#### 5. FUNDAMENTO

El método yodométrico es un procedimiento titulométrico basado en la propiedad oxidante del oxígeno disuelto (OD).

Se basa en la adición de una solución de manganeso divalente seguido de álcali fuerte, a la muestra contenida en un frasco con tapón de vidrio. El OD oxida rápidamente una



cantidad equivalente del precipitado disperso de hidróxido manganeso divalente a hidróxidos con mayor estado de valencia. En presencia de iones yoduro y en solución ácida, el manganeso oxidado revierte al estado divalente, con liberación de yodo en cantidad equivalente al contenido original de OD. El yodo liberado se titula con una solución patrón de tiosulfato, utilizando un indicador de almidón.

También se puede determinar directamente el yodo liberado, con un espectrofotómetro de absorción simple. Este método se puede dar de forma rutinaria para obtener estimaciones muy exactas del OD del orden de microgramos por litro, siempre que no haya interferencias de partículas materiales, de color o químicas.

Existen varias modificaciones del método yodométrico, todas ellas desarrolladas para reducir al mínimo el efecto de las interferencias que se pueden presentar al método original. Entre los procedimientos más comúnmente utilizados, se encuentran la modificación de azida, la de permanganato, la floculación de alumbre y la floculación de sulfato de cobre-ácido sulfámico. La modificación de azida se usará especialmente si las muestras contienen más de 50 mg de nitrógeno de nitritos.

## 6. PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO

Las muestras deben almacenarse protegidas de la luz solar. Las que no presenten demanda de yodo se pueden conservar durante unas horas sin cambios tras la adición de solución de sulfato manganeso, solución de álcali-yoduro y ácido sulfúrico, seguida de agitación en la forma usual. Las muestras con demanda de yodo se conservarán durante 4 a 8 horas por adición de 0.7 mL de ácido sulfúrico concentrado y 1 mL de solución azida sódica (2 g de  $\text{NaN}_3$  en 100 mL de agua destilada) al frasco de DBO. Así, se interrumpe la actividad biológica y se mantiene el OD si el frasco se mantiene a la temperatura de muestreo o se hace un cierre de agua y se mantiene a 10-20 °C. En este caso el método se deberá completar lo antes posible utilizando 2 mL de solución de sulfato manganeso, 3 mL de solución de álcali-yoduro y 2 mL de ácido sulfúrico concentrado.

## 7. INTERFERENCIAS

Las principales interferencias son los materiales oxidantes o reductores que pueden hallarse presentes en la muestra. Algunos agentes oxidantes liberan yodo a partir de los yoduros (interferencia positiva) y algunos reductores reducen el yodo (interferencia negativa). La mayoría de la materia orgánica se oxida principalmente cuando el manganeso oxidado precipitado se acidifica, causando así errores negativos.

Una interferencia importante la constituyen las sales férricas; cuando la muestra contenga 5 mg o más de sales férricas/L, debe añadirse fluoruro de potasio como primer reactivo en la modificación de azida. Alternativamente se puede eliminar esta interferencia por medio de ácido fosfórico al 85 u 87% en lugar de ácido sulfúrico para acidificación. Este procedimiento no se ha ensayado para concentraciones de Fe (III) mayores de 20 mg/L.

La modificación de azida es aplicable en presencia de 100 a 200 mg de hierro férrico/L si se añade 1 mL de solución de KF antes de acidificar la muestra y no se retrasa la titulación. Cuando existan interferencias de color en la muestra, se recomienda utilizar el método electrométrico.

## 8. EQUIPO Y MATERIAL

### 8.1. Equipo

- Barra magnética
- Parrilla de calentamiento
- Horno de secado para trabajar a 105°C
- Balanza analítica

### 8.2. Material

- Frascos de 300 mL especiales para DBO
- Bureta graduada de 25 mL
- Pipetas graduadas de 10 mL
- Matraces Erlenmeyer de 250 mL
- Matraces volumétricos de 1000 mL
- Matraces volumétricos de 250 mL
- Vasos de precipitado de 1000 y 2000 mL
- Vasos de precipitado de 100 y 400 mL
- Matraz Kitazato con alargadera
- Crisol gooch
- Papel filtro de fibra de vidrio de 2.5 cm

## 9. REACTIVOS Y PREPARACION DE SOLUCIONES

### 9.1. Reactivos

- Sulfato manganoso ( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  o  $\text{MnSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )
- Hidróxido de sodio en lentejas ( $\text{NaOH}$ )
- Hidróxido de potasio si no se cuenta con el de sodio ( $\text{KOH}$ )
- Yoduro de sodio ( $\text{NaI}$ )
- Yoduro de potasio ( $\text{KI}$ ) si no se cuenta con el de sodio
- Azida de sodio ( $\text{NaN}_3$ )
- Almidón soluble
- Tiosulfato de sodio pentahidratado  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Cloroformo ( $\text{CHCl}_3$ )
- Acido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Biyodato de potasio  $\text{KIO}_3$
- Dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) si no se cuenta con el biyodato de potasio
- Fluoruro de potasio dihidratado ( $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- Tolueno

### 9.2. Preparación de soluciones

- Solución de sulfato manganoso  
  
Disolver 480 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  o bien 400 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ó 364 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  en agua destilada, filtrar y aforar a un litro. La solución  $\text{MnSO}_4$  no debe dar color con almidón cuando se añade a una solución acidificada de yoduro potásico ( $\text{KI}$ ).
- Solución de álcali-yoduro-azida de sodio



Disolver 500 g de hidróxido de sodio ó 700g de hidróxido de potasio y 135 g de yoduro de sodio ó 150 g de yoduro de potasio, en agua destilada y diluir a un litro. Agregar a esta solución 10 g de azida de sodio disueltos en 40 mL de agua. Indistintamente se pueden usar las sales de sodio o potasio.

- Solución de almidón

Preparar una emulsión de 20 g de almidón soluble con una pequeña cantidad de agua destilada. Verter esta emulsión en un litro de agua en ebullición: continuar hirviendo unos minutos y dejar sedimentar por una noche. Emplear el líquido claro sobrenadante y preservarlo con unas cuantas gotas de tolueno y mantenerlo en refrigeración.

- Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.025M

Disolver 6.025 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua destilada. Añadir 0.4 g de NaOH sólido y diluir a 1000 mL. Se puede calcular la concentración de esta solución con una solución de biyodato de potasio 0.0021M o usando una solución de dicromato de potasio 0.025N, usando la solución de almidón como indicador.

- Solución de biyodato de potasio 0.0021M

Disolver 812.4 mg de KH ( $\text{IO}_3$ ) en agua destilada y diluir a 1000mL.

- Solución de dicromato de potasio 0.025N (0.00417M)

Disolver 1.226 g de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  de calidad estándar primario, secado previamente a  $103^\circ\text{C}$  durante 2 horas, en agua destilada y dilúyase hasta 1000 mL.

Estandarización del tiosulfato:

Disolver aproximadamente 2g de KI, exento de yodato en un erlenmeyer con 100 a 150 mL de agua destilada. Añadir 1 mL de ácido sulfúrico concentrado y 20 mL de solución de biyodato de potasio ó 20 mL de solución de dicromato de potasio. Diluir a 200 mL y titular el yodo liberado con tiosulfato, añadiendo almidón hacia el final de la titulación, cuando se produzca un color paja pálido. Cuando las soluciones tengan igual concentración, se necesitarán 20 mL de solución de tiosulfato. Si no es así, ajústese la solución de tiosulfato a 0.025M.

$$\text{M de tiosulfato} = \frac{20 \text{ mL de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{mL de tiosulfato}} \times 0.025$$

Si se desea preservar la solución de tiosulfato, añadir 5 mL de cloroformo o 1g de hidróxido de sodio.

- Solución de fluoruro potásico

Disolver 40 g de  $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  en agua destilada y diluirla a 100 mL.



## 10. PROCEDIMIENTO

### 10.1. Fijación del oxígeno

Para fijar el oxígeno, adicionar a la botella de DBO que contiene la muestra, 2 mL de sulfato manganoso con una pipeta graduada, cuidando que la punta de la misma penetre aproximadamente 0.5 cm en el seno del agua.

Agregar 2 mL del reactivo álcali-yoduro-azida en la misma forma que el reactivo anterior.

Tapar la botella de DBO (evitar la formación de burbujas) y agitar vigorosamente por 30 segundos; después de lo cual dejar sedimentar el precipitado.

### 10.2. Liberación de yodo

Cuando el precipitado se ha depositado suficientemente (hasta aproximadamente la mitad del frasco), adicionar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado y agitar hasta la total disolución del precipitado.

### 10.3. Valoración de yodo liberado

Titular 100 mL de muestra con la solución de tiosulfato 0.025 M agregando el almidón hacia el final de la titulación, cuando se alcance un color paja pálido. Continuar hasta la primera desaparición del color azul.

### 10.4. Cálculos

La concentración de oxígeno disuelto debe calcularse en la muestra con la siguiente fórmula:

$$\text{mg/L de OD} = \frac{\text{mL de Tiosulfato} \times M \text{ tiosulfato} \times 8000}{98.7 \text{ mL}}$$

Donde:

OD = Oxígeno disuelto

M = Molaridad

8 = Equivalente del oxígeno

98.7 = Volumen de muestra titulada: se agregan 4 mL de reactivos a 300 mL de muestra original, y se toman 100 mL de muestra para titular

Nota: Los 98.7 mL son por el desplazamiento del volumen con la adición de los reactivos (2 mL del álcali-yoduro-azida, 2 mL del sulfato manganoso y 2 mL del ácido sulfúrico.

$$300 \text{ ————} \square 100$$

$$(300-4) \text{ ————} \square X \quad ; \quad X = 98.7$$

## 11. PRECISION

Si la muestra no presenta interferencias apreciables la desviación normal es la aproximada de 0.06 ppm, en caso que existan interferencias mayores la desviación normal puede llegar a 0.1 ppm.

## 12. BIBLIOGRAFIA

- AWWA, APHA.-"Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales".- Editorial Díaz Santos, SA. de CV. 1ª Edición en Español.- Madrid, 1992.- Método 4500-0 C.- Págs. 4-169 y 4-170, 4-172 a 4-176.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.- "Aguas.- Determinación de Oxígeno Disuelto".- NOM-AA-77-1982.-Incisos 1, 5 y 9.

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**  
**REPORTE DE LA PRÁCTICA**

<b>Nombre de la práctica</b>
------------------------------

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_  
Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

<b>RESULTADOS</b>
-------------------

<b>CONCLUSIONES Y COMENTARIOS</b>

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_\_\_ No \_\_\_\_\_  
Comentarios \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

<b>Nombre del Instructor:</b>
<b>Firma</b> <span style="float: right;"><b>Sello</b></span>



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**AgR-03 DETERMINACION DE LA DEMANDA BIOQUIMICA DE  
OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)**

**MA-FQ-15 METODO: WINKLER MODIFICACION AZIDA DE  
SODIO**

**1. OBJETIVO**

Establecer el método de laboratorio para determinar la demanda bioquímica de oxígeno en agua mediante incubación durante cinco días utilizando la modificación de la azida de sodio al método de winkler.

**2. CAMPO DE APLICACION**

Este método tiene su aplicación en aguas naturales, en aguas superficiales que reciben descargas de agua residual y en aguas residuales domésticas e industriales.

**3. IMPORTANCIA SANITARIA**

La determinación de la DBO permite conocer las cargas residuales en las instalaciones de tratamiento y evaluar la eficacia de la extracción de DBO de los mismos sistemas de tratamiento.

**4. REFERENCIAS**

El método aquí descrito se complementa con:

- MANUAL DE MUESTREO, MEDICIONES DE CAMPO EN CUERPOS DE AGUA Y DESCARGA DE AGUAS RESIDUALES.
- MA-FQ-28 POTENCIAL DE HIDROGENO (pH)  
Método Potenciométrico
- MA-FQ-27 OXIGENO DISUELTO  
Método Winkler Modificación Azida de Sodio

**5. FUNDAMENTO**

El método se basa en medir la cantidad de oxígeno que requieren los microorganismos para efectuar la oxidación de la materia orgánica presente en aguas naturales y residuales

y se determina por la diferencia entre el oxígeno disuelto inicial y el oxígeno disuelto al cabo de cinco días de incubación a 20°C (293 °K).

La determinación de la cantidad de oxígeno disuelto se basa en una reacción de óxido-reducción; al agregar una solución de manganeso divalente seguido de un álcali fuerte, el oxígeno disuelto presente oxida rápidamente una cantidad equivalente del hidróxido manganeso divalente dispersado, que precipita como hidróxido, con el manganeso de valencia mayor. En presencia de iones ioduros y en condiciones ácidas, el manganeso oxidado regresa a su estado divalente, con liberación del yodo, que es proporcional a la cantidad de oxígeno disuelto inicial. El yodo es cuantificado con una solución de tiosulfato de sodio, usando almidón como indicador.

## 6. PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO.

No se debe adicionar ningún preservador a la muestra, la cual deberá transportarse y mantenerse refrigerada a 4°C hasta la realización del análisis, dentro de un plazo máximo de 48 horas. Esto es importante ya que las muestras para análisis de DBO pueden degradarse significativamente mientras están almacenadas, y como resultado producir valores bajos de DBO. Antes de iniciar el análisis las muestras deberán estar de nuevo a 20°C (293 °K).

En el caso de muestras compuestas, consérvense las muestras a 4°C durante la mezcla. Límitese el período de mezcla a 24 horas, empezando la determinación del tiempo de almacenamiento a partir del final del período de mezcla.

## 7. INTERFERENCIAS

Las condiciones que afectan al análisis son:

- pH ácido o alcalino.
- Presencia de cloro residual (que es oxidante).
- Exceso de sulfito de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) empleado para desclorar, ya que ejerce un requerimiento de oxígeno y reacciona lentamente con ciertos compuestos de cloraminas orgánicas que pueden estar presentes en las muestras cloradas.
- Ciertos residuos industriales, por ejemplo los efluentes de algunas industrias metalúrgicas. En estos casos se requiere de la preparación de inóculos especiales para cada caso.
- Demanda de nitrógeno: la oxidación de las formas reducidas del nitrógeno a través de microorganismos, requiere nitrógeno. Actualmente es posible evitar dicha interferencia mediante un inhibidor químico (TCMP = 2-cloro-6-(tricloro metil)piridina).

Si no se utiliza éste, se sobreentiende que la DBO medida corresponde a la suma de las demandas de oxígeno para carbono y nitrógeno. Normalmente esta interferencia es importante en los efluentes de las instalaciones de tratamiento biológico que contienen cantidades significativas de organismos nitrificantes. Debido a que es probable que en dichas muestras exista una oxidación de los compuestos del nitrógeno, se recomienda inhibir la nitrificación para muestras de

efluente secundario, para muestras sembradas con efluente secundario y para muestras de aguas contaminadas.

## 8. EQUIPO Y MATERIAL

### 8.1. Equipo

- Horno de secado para trabajar a  $105 \pm 1^\circ\text{C}$
- Balanza analítica
- Barra magnética
- Incubadora o baño de agua a una temperatura constante de  $20 \pm 1^\circ\text{C}$
- Equipo de aereación, que incluye compresor, trampa para grasas y difusor.
- Potenciómetro con electrodos para pH
- Parrilla de agitación

### 8.2. Material

- Matraces volumétricos de 500 y 1000 mL
- Matraces erlenmeyer de 250 y 1000 mL
- Bureta de 50 mL con soporte
- Frascos Winkler de 300 mL para DBO
- Pipetas volumétricas de 5, 10, 20, 25 y 50 mL
- Pipetas graduadas de 5, 10 y 25 mL
- Vasos de precipitados de 100, 150, 400, 600 y 1000 mL
- Pizeta
- Garrafón de vidrio o de Nalgene, con capacidad para 20 L
- Probetas graduadas de 100, 250 y 500 mL
- Perilla
- Guantes de hule látex

## 9. REACTIVOS Y PREPARACION DE SOLUCIONES

### 9.1. Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada.

- Sulfato manganeso  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ó  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ó  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- Hidróxido de sodio en lentejas NaOH
- Yoduro de sodio NaI
- Hidróxido de potasio KOH
- Yoduro de potasio KI
- Azida de sodio  $\text{NaN}_3$
- Almidón soluble
- Tolueno
- Tiosulfato de sodio pentahidratado  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Cloroformo
- Acido sulfúrico concentrado
- Dicromato de potasio  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- Fosfato monobásico de potasio  $\text{KH}_2\text{PO}_4$
- Fosfato dibásico de sodio heptahidratado  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- Fosfato dibásico de potasio  $\text{K}_2\text{HPO}_4$



- Cloruro de Amonio  $\text{NH}_4\text{Cl}$
- Sulfato de magnesio heptahidratado  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- Cloruro de calcio  $\text{CaCl}_2$
- Cloruro férrico hexahidratado  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Sulfito de sodio  $\text{Na}_2\text{SO}_3$
- Acido acético  $\text{CH}_3\text{COOH}$
- Glucosa grado reactivo
- Acido glutámico grado reactivo

## 9.2. Preparación de soluciones

NOTA: Todos los reactivos deben desecharse si hay algún signo de crecimiento biológico en el frasco de reserva.

Solución de sulfato manganoso.- Disolver en agua 480 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ó 400 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ó 364 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , filtrar y aforar a un litro. Esta solución debe usarse siempre y cuando no dé color al adicionarle una solución ácida de yoduro de potasio en presencia de almidón.

Solución álcali-yoduro-azida de sodio.- (También se llama álcali-yoduro-nitruro). Disolver en agua 500 g de  $\text{NaOH}$  y 135 g de  $\text{NaI}$ , o 700 g de  $\text{KOH}$  y 150 g de  $\text{KI}$ , diluir a un litro con agua destilada. A esta solución agregarle 10 g de  $\text{NaN}_3$  disueltos en 40 mL de agua. Esta solución no debe dar color con la solución de almidón cuando se diluya y acidifique.

Solución indicadora de almidón.- Disolver en un litro de agua destilada caliente, 20 g de almidón soluble. Agregar 10 gotas de tolueno y mantener en refrigeración siempre que no esté en uso.

Solución estándar de tiosulfato de sodio 0.025 M.- Disolver 6.205 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua destilada y aforar a un litro; agregar 5 mL de cloroformo o un gramo de hidróxido de sodio en lentejas o 1.5 mL de hidróxido de sodio 6 N. Un mililitro de la solución valorada de tiosulfato 0.025 M es equivalente a 1 mg de oxígeno disuelto. Se puede calcular la concentración de esta solución con una solución de biyodato de potasio 0.0021 M o usando una solución de dicromato de potasio 0.025 N, usando la solución de almidón como indicador.

Para preparar la solución de biyodato, disolver 812.4 mg de  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  y llevar a un litro con agua destilada; para hacer la solución de dicromato de potasio, pesar 1.226 g de dicromato previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  durante 2 horas, y aforar a un litro con agua destilada.

Valoración: En un matraz erlenmeyer, disolver 1 g de yoduro de potasio ( $\text{KI}$ ) exento de yodato en 60 mL de agua destilada. Agregar 0.5 mL de ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) y 10 mL de la solución de dicromato de potasio (o de biyodato de potasio); diluir a 100 mL con agua y valorar el yodo con la solución de tiosulfato, agregando el almidón hasta el final de la determinación, cuando se alcance un color paja pálido. Es conveniente que la solución de tiosulfato sea exactamente 0.025 M.

$$\text{N de tiosulfato} = \frac{{}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times \text{N } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{mL gastados de tiosulfato}}$$

donde

N = normalidad del tiosulfato

Solución amortiguadora de fosfatos.- Disolver en 500 mL de agua 8.5 g de fosfato monobásico de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), 33.4 g de fosfato dibásico de sodio heptahidratado ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), 21.75 g de fosfato dibásico de potasio ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ) y 1.7 g de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) y aforar a un litro; el pH de esta solución amortiguadora sin ajuste alguno debe ser 7.2.

Solución de sulfato de magnesio.- Disolver en agua 22.5 g de sulfato de magnesio heptahidratado ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) y diluir a un litro.

Solución de cloruro de calcio.- Disolver en agua 27.5 g de cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ) y diluir a un litro.

Solución de cloruro férrico.- Disolver en agua 0.25 g de cloruro férrico hexahidratado ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) y diluir a un litro.

Solución de ácido sulfúrico 1 N.- Lentamente y mientras se agita, agregar 28 mL de ácido sulfúrico concentrado a un volumen aproximado de 500 mL de agua destilada, mezclar bien y aforar a 1 litro con agua destilada.

Solución de hidróxido de sodio 1 N.- Disolver en agua 40 g de lentejas de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) y diluir a un litro.

Solución de ácido sulfúrico 0.1 N.- Lentamente y mientras se agita, agregar 2.8 mL de ácido sulfúrico concentrado a un volumen aproximado de 500 mL de agua destilada, mezclar bien y aforar a 1 litro con agua destilada.

Solución de hidróxido de sodio 0.1 N.- Disolver en agua 4 g de lentejas de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) y diluir a un litro.

Solución de sulfito de sodio.- Disolver 1.575 g de sulfito de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) en un litro de agua destilada. Preparar diariamente porque no es estable.

Solución de glucosa-ácido glutámico.- Disolver en agua 150 mg de cada uno de los dos reactivos previamente secados a  $103^\circ\text{C}$  durante una hora, y dilúyase a 1 litro. Prepárese siempre inmediatamente antes de usarla.

Agua de dilución.- Añadir a cada litro de agua: 1 mL de solución amortiguadora de fosfatos, 1 mL de solución de sulfato de magnesio, 1 mL de solución de cloruro férrico y 1 mL de solución de cloruro de calcio; airear hasta completar saturación (1 hora aproximadamente, hasta 7.4 - 9.2 mg/L de OD). Preparar el agua de dilución diariamente. Tome en cuenta el número de muestras a analizar para preparar la cantidad necesaria de agua de dilución. Calcule la cantidad de agua de dilución por muestra, con un mínimo de tres diluciones por muestra o por duplicado en el caso de muestras ya conocidas.



## 10. PROCEDIMIENTO

### 10.1. Pretratamiento de las muestras

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

Si es posible, evítense las muestras que contengan cloro residual, tomándolas antes del proceso de cloración. En algunas muestras, el cloro desaparecerá en el plazo de 1 a 2 horas después de su exposición a la luz. Esto suele ocurrir durante el transporte o la manipulación de la muestra. En caso contrario, destrúyase el cloro residual añadiendo solución de sulfito de sodio.

El volumen requerido de solución de sulfito se determina en una fracción de 100 mL de muestra neutralizada añadiendo 10 mL de ácido acético (1+1), 10 mL de solución de yoduro potásico (10g en 100 mL de agua), y titulando con solución de sulfito hasta el punto final del almidón-yodo para el residuo. El volumen así determinado se añade a 100 mL de la muestra neutralizada, se mezcla y después de 10 a 20 minutos, se determina el cloro residual de la muestra.

En el caso de muestras compuestas, detectar el cloro residual antes de la resiembra con el siguiente procedimiento: Medir 100 mL de muestra en un matraz erlenmeyer de 250 mL. Agregar unos cristales de KI a la muestra neutralizada y disolverlos; añadir 1 mL de ácido sulfúrico concentrado y mezclar bien. Finalmente, adicionar unas 5 gotas de indicador de almidón. Si NO se produce color, titule 100 mL de muestra compuesta neutralizada con solución de sulfito de sodio 0.025 N hasta el punto final entre la última traza de color azul y el tono incoloro. Realice la titulación muy lentamente, contando el número de gotas de sulfito de sodio 0.025 N usado y anote el número (**n**).

Para desclorar una muestra para análisis de DBO, mida otra porción de 100 mL muestra compuesta neutralizada en un matraz limpio y agregue (**n**) gotas de sulfito de sodio, mezcle bien y determine la DBO. En caso de necesitar más muestra, desclore un volumen mayor de ella usando un número proporcional de gotas de sulfito 0.025 N.

### 10.2. Preparación de inóculos especiales.

Algunas muestras no contienen una población microbiana suficiente o capaz de oxidar la materia orgánica biodegradable de la muestra, por ejemplo algunos residuos industriales no tratados, residuos desinfectados, residuos de alta temperatura o con valores de pH extremos. Para tales efluentes, siémbrese el agua de dilución añadiendo una población de microorganismos.

El inóculo preferido es el efluente de un sistema de tratamiento biológico procesador de residuos. Cuando no se disponga de ésta, utilícese el sobrenadante del agua residual doméstica después de dejarlo reposar a temperatura ambiente durante al menos 1 hora, pero no más de 36 horas. Cuando se utiliza un efluente de un proceso de tratamiento biológico, se recomienda inhibir la nitrificación.



Algunas muestras pueden contener materiales no degradados a las tasas normales por los microorganismos en el agua residual doméstica en reposo. Siémbrense tales muestras con una población microbiana adaptada obtenida del efluente no desinfectado de un proceso biológico de tratamiento del residuo. También puede obtenerse un inóculo del agua receptora por debajo (preferiblemente 3 a 8 km) del punto de descarga.

Cuando no se dispone de ninguna de estas fuentes de inóculo, desarróllese un inóculo adaptado en el laboratorio aireando continuamente una muestra de agua residual doméstica en reposo y añadiendo pequeños incrementos diarios de residuos. De forma opcional, utilícese una suspensión de suelo o lodo activado.

Determínese la existencia de una población satisfactoria ensayando el rendimiento del inóculo en pruebas de DBO realizadas en la muestra. Los valores de DBO que aumentan con el tiempo de adaptación hasta un valor estable alto indican adaptación con éxito del inóculo.

Una vez preparado el inóculo, es necesario determinar su DBO como para cualquier otra muestra. Es el inóculo control.

Antes de hacer las diluciones (o siembra) de cualquier muestra, llévese ésta a una temperatura de  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

### 10.3. Siembra o dilución de las muestras

Las diluciones que dan lugar a un OD residual de al menos 1 mg/L y una captación de OD de al menos 2 mg/L después de 5 días de incubación producen los resultados más fiables.

Para aguas residuales industriales fuertes se recomienda utilizar de 0.01 a 1.0 % de dilución, de 1 a 5 % para las aguas residuales depuradas y brutas, de 5 a 25 % para efluentes tratados biológicamente, de 25 a 70 % para aguas naturales contaminadas y de 60 a 100 % para aguas muy claras y/o potabilizadas. Estos porcentajes se refieren a los 300 mL de volumen total de cada frasco de Winkler considerados como 100%.

Cuando se requieren concentraciones muy pequeñas de volumen, deben hacerse diluciones con matraces aforados. En todos los casos complétese el volumen del frasco de Winkler con agua de dilución hasta el borde de la botella, evitando la formación de burbujas. Prepare junto con las muestras, un testigo con agua de dilución.

Cuando se utilizan los métodos yodométricos de titulación para medir el OD, prepárense dos frascos de cada una de las diluciones. Determínese el OD inicial en un frasco, y el segundo se incuba herméticamente tapado y con un sello hidráulico, a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 5 días.

Si se utiliza el método del electrodo de membrana para medir el OD, prepárese sólo una botella de cada dilución. Determínese el OD inicial de este frasco y reemplácese cualquier volumen desalojado con agua de dilución hasta llenarlo. Círrrese herméticamente con cierre hidráulico e incúbase durante 5 días a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Aclárese el electrodo de OD entre cada determinación para evitar la contaminación cruzada de las muestras.

Es necesario comprobar periódicamente la calidad del agua de dilución, la efectividad del inóculo y la técnica analítica mediante determinaciones de DBO utilizando la solución de glucosa-ácido glutámico. Determinése la DBO<sub>5</sub> de una disolución al 2% de la solución control. El resultado debe estar dentro del rango de 198 ± 30.5 mg/L, en caso contrario vuélvase a evaluar e investigue la fuente del problema.

Evítese la entrada de materia extraña, de aire y la evaporación del sello hidráulico, tapando los frascos con papel aluminio o con vasos de papel. Después de los 5 días de incubación, determinése el OD final.

#### 10.4. Determinación del OD.

##### 10.4.1. Método yodométrico

Para fijar el oxígeno, adicionar a la botella de DBO que contiene la muestra, 2 mL de sulfato manganoso con una pipeta graduada, cuidando que la punta de la misma penetre aproximadamente 0.5 cm en el seno del agua.

Agregar 2 mL del reactivo álcali-yoduro-azida, en la misma forma que el reactivo anterior.

Tapar la botella de DBO (evitar burbuja) y agitar vigorosamente y dejar sedimentar el precipitado (al menos a la mitad del frasco).

Añadir 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, volver a tapar y mezclar por inversión hasta completa disolución del precipitado.

Titular 100 mL de la muestra con la solución de tiosulfato 0.025 M agregando el almidón hacia el final de la titulación, cuando se alcance un color paja pálido. Continuar hasta la primera desaparición del color azul.

#### 10.5. Cálculos

Para la determinación del oxígeno disuelto:

Se agregan 4 mL de reactivos a 300 mL de muestra original, y se toman 100 mL de muestra:

$$\frac{300}{(300-4)} = \frac{100}{x}$$

$$x = 98.7 \text{ mL}$$

Nota: Los 98.7 mL son por el desplazamiento de volumen con la adición de los reactivos.

$$\text{OD mg/L} = \frac{\text{M tiosulfato} \times \text{mL de tiosulfato} \times 8000}{\text{-----}}$$

donde

M = molaridad de la solución  
8000 = equivalentes del oxígeno

Calcule la DBO<sub>5</sub> con:

\* Cuando no se utilizó inóculo ni diluciones:

$$\text{DBO}_5 \text{ en mg/L} = \text{OD}_i \text{ mg/L} - \text{OD}_5 \text{ mg/L}$$

donde

OD<sub>i</sub> mg/L = oxígeno disuelto inmediato  
OD<sub>5</sub> mg/L = oxígeno disuelto al quinto día

\* Cuando se emplea una dilución:

$$\text{DBO}_5 \text{ en mg/L} = \frac{\text{OD}_i \text{ mg/L} - \text{OD}_5 \text{ mg/L}}{\% \text{ de dilución expresado en decimal}}$$

\* Cuando se utilizó inóculo:

$$\text{DBO}_5 \text{ en mg/L} = (\text{OD}_i \text{ mg/L} - \text{OD}_5 \text{ mg/L}) - \frac{C_1 (B_1 - B_2) [V_1]}{C_2 [V_m]}$$

donde:

B<sub>1</sub> = OD del inóculo control antes de la incubación, en mg/L  
B<sub>2</sub> = OD del inóculo control después de la incubación, en mg/L  
C<sub>1</sub> = Volumen de inóculo en la muestra  
C<sub>2</sub> = Volumen de inóculo en el inóculo control  
V<sub>1</sub> = Volumen total del frasco Winkler  
V<sub>m</sub> = Volumen de muestra sembrada

Exprésense los resultados como DBO<sub>5</sub> si se inhibe la nitrificación.

EJEMPLO:

Se colocaron 12 mL de inóculo en una botella de DBO, la cual se llenó con agua de dilución y se determinaron el OD inicial (8.9 mg/L) y el OD final (4.1 mg/L). De este inóculo de DBO conocida, se sembró 1 mL en cada botella de Winkler que contenía además 6 mL de muestra. Los valores de OD inicial y final fueron 8.7 y 2.4 mg/L respectivamente.

$$B_1 = 8.9$$

$$B_2 = 4.1$$

$$C_1 = 1.0 \quad \text{DBO}_5 \text{ en mg/L} = (8.7 - 2.4) - \frac{1(8.9 - 4.1)[300]}{12 [6]}$$

$$C_2 = 12.0$$

$$V_t = 300 \quad \text{DBO}_5 \text{ en mg/L} = 295$$

$$V_m = 6.0$$



## 11. PRECISION

No existe un patrón de comparación para definir la exactitud de la prueba de la DBO.

Para la precisión de las determinaciones de OD en la prueba de la DBO expresada como la división normal en mL de tiosulfato de sodio 0.025 N, se tienen los datos siguientes:

La desviación normal de la prueba de la DBO en aguas residuales o en efluentes tratados puede variar de 0.07 a 0.11 mL de la demanda titulada de oxígeno. La que también es válida para los desechos de industrias alimentarias o de carácter orgánico no tóxico.

## 12. BIBLIOGRAFIA

- APHA-AWWA-WPCF.- Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales.- 1ª Edición en español.- Ed. Díaz de Santos, S.A., Madrid, 1992.-Método 5210 B.-Págs. 5-4 a 5-12.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.-"ANALISIS DE AGUA.- DETERMINACION DE LA DEMANDA BIOQUIMICA DE OXIGENO".- NOM-AA-28-1981.- Incisos 7 y 8.

**FACULTAD DE INGENIERÍA  
REPORTE DE LA PRÁCTICA**

Nombre de la práctica

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_

Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

**RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y COMENTARIOS**

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_\_\_ No \_\_\_\_\_

Comentarios \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Nombre del Instructor:

Firma

Sello

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA  
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL

**AgPo-04 DETERMINACION DE ALCALINIDAD**

**METODO: POTENCIOMETRICO**  
**METODO: VOLUMETRICO**

**1. OBJETIVO**

Establecer los métodos potenciométrico y volumétrico para la determinación de la alcalinidad en el agua.

**2. CAMPO DE APLICACION**

El método potenciométrico es aplicable en aguas naturales, residuales y superficiales claras o turbias.

El método volumétrico solo puede utilizarse en muestras claras para no interferir en la apreciación del vire de los indicadores independientemente del origen de la muestra. En ningún caso se deberá usar decolorantes.

**3. IMPORTANCIA SANITARIA**

El incremento en la alcalinidad del agua altera el sabor de ésta y además puede producir precipitación de sales de calcio en las tuberías reduciendo su diámetro útil.

La alcalinidad por exceso de concentración de metales alcalino térreos tiene importancia para la determinación de la aceptabilidad de un agua para irrigación. Las determinaciones de alcalinidad se utilizan en la interpretación y el control de los procesos de tratamiento de aguas limpias y residuales. Las aguas residuales domésticas tienen una alcalinidad menor (o sólo ligeramente mayor) que la del suministro.

Una alcalinidad alta puede ser objetable desde el punto de vista de ciertas industrias y una baja puede resultar insuficiente en ciertos procesos de tratamiento de aguas.

**4. REFERENCIAS**

Los métodos que aquí se describen se complementan con:

- MANUAL DE MUESTREO, MEDICIONES DE CAMPO EN CUERPOS DE AGUA Y DESCARGAS DE AGUAS RESIDUALES.
- POTENCIAL DE HIDROGENO (pH). Método Potenciométrico



## 5. FUNDAMENTO

La alcalinidad es la capacidad cuantitativa del agua para reaccionar con los iones hidrógeno. El valor medio puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado. La alcalinidad es la medida de una propiedad agregada del agua, y solamente puede interpretarse en términos de sustancias específicas cuando se conoce la composición química de la muestra.

La alcalinidad de muchas aguas depende primordialmente de su contenido en carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, por lo que suele tomarse como una indicación de la concentración de estos componentes. Los valores determinados pueden incluir también la contribución de boratos, fosfatos, silicatos y otras bases, cuando se hallen presentes. El método potenciométrico se basa en que los iones hidroxilo presentes en la muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de los solutos, reaccionan con las adiciones de ácido estándar. Por lo tanto, la alcalinidad depende así del pH utilizado como punto final. Se sugieren los valores de pH de 8.3 y de 4.5 como puntos finales en las titulaciones. A estos puntos se les conoce como "alcalinidad a la fenolftaleína (pH = 8.3) y alcalinidad al anaranjado de metilo (pH = 4.5)" respectivamente, independientemente del indicador de color utilizado en su caso para la determinación.

Sin embargo, no necesariamente se deben utilizar estos indicadores, también se pueden utilizar otros que viren en un intervalo de pH parecido, como el verde de bromocresol que vira a pH de 4.5 y el púrpura de metacresol que vira a pH de 8.3. (El rango de pH para el anaranjado de metilo es de 3.1 a 4.4 y vira de rojo a amarillo).

La aplicación del método volumétrico o del método potenciométrico depende del color y turbiedad de la muestra. La alcalinidad presente en el agua se mide por titulación con una solución valorada de un ácido, y estas dependen de la concentración de los iones hidroxilos (OH), carbonatos ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) y bicarbonatos ( $\text{HCO}_3^-$ ).

## 6. PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO

La muestra debe ser analizada inmediatamente después de su toma, en caso contrario, debe conservarse en refrigeración a 4°C y durante un período que no exceda de 24 horas.

Dado que las muestras residuales pueden estar sujetas a la acción microbiana y a pérdidas o ganancias de  $\text{CO}_2$  u otros gases cuando se exponen al aire, las muestras deben analizarse preferiblemente el primer día.

Si se sospecha la presencia de alguna actividad biológica, analizarlo dentro de las 6 primeras horas. Evítase la agitación de la muestra y su exposición prolongada al aire.

## 7. INTERFERENCIAS

Los jabones, la materia grasa, los sólidos suspendidos o los precipitados pueden cubrir el electrodo de vidrio y causar una respuesta enmascarada. Espere un tiempo adicional entre cada porción de titulante añadido, para permitir que el electrodo se equilibre, o bien, limpie los electrodos ocasionalmente. No filtre, diluya, concentre ni altere la muestra.

Cuando se trata de aguas de desecho, algunas sales minerales ocasionan interferencias, específicamente los sulfatos de fierro y/o aluminio. En algunos casos (sobre todo en aguas muy contaminadas), se recomienda utilizar cloruro de Bario para precipitar los sulfatos, antes de la titulación al anaranjado de metilo.

Para el control de plantas de tratamiento de agua de fuentes contaminadas con ácidos minerales y sales ácidas originadas en los drenajes y desechos industriales, se recomienda hacer la determinación a la temperatura de ebullición con lo que se ayuda a la hidrólisis de sales como el sulfato de fierro y aluminio. Estas titulaciones se hacen empleando los mismos indicadores.

Agregar 0.05 mL de tiosulfato de sodio 0.1 N a la muestra para eliminar cualquier presencia de cloro residual, el cual imparte cambio de color al indicador.

## 8. EQUIPO Y MATERIAL

### 8.1. Equipo.

- Potenciómetro
- Agitador con barra magnética
- Termómetro
- Balanza Analítica
- Horno para secado para trabajar a 105°C

### 8.2. Material.

- Micro bureta de 10 mL de capacidad
- Bureta de 50 mL de capacidad
- Vasos de precipitados de 100 mL de capacidad
- Pipeta serológica de 10 mL de capacidad
- Pizeta de 1000 mL de capacidad
- Espátula.
- Matraces erlenmeyer de 250 mL de capacidad
- Matraces aforados de 1000 mL

## 9. REACTIVOS Y PREPARACION DE SOLUCIONES

### 9.1. Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionen deben ser grado analítico.



- Acido sulfúrico concentrado
- Acido clorhídrico concentrado
- Carbonato de Sodio
- Fenolftaleína, sal disódica, indicador
- Alcohol etílico al 95%
- Azul de bromofenol, sal sódica, indicador
- Tiosulfato de sodio pentahidratado ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
- Solución buffer de pH = 4
- Solución buffer de pH = 9
- Anaranjado de metilo, indicador

## 9.2. Preparación de soluciones.

- Agua exenta de  $\text{CO}_2$ . Preparar todas las soluciones con agua destilada o deionizada hervida durante 15 minutos y enfriada a temperatura ambiente. El pH final deberá de ser mayor o igual a 6 y su conductividad menor a 2 micromhos/cm.
- Solución de carbonato de sodio aproximadamente 0.05N.- Secar de 3 a 5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  estándar primario a  $250^\circ\text{C}$  por 4 horas y enfríe en desecador. Pesar  $2.5 \pm 0.2$  g, transferir a un matraz volumétrico de 1L, llenar hasta la marca, disolver y mezclar. Preparar semanalmente.
- Solución valorada de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico 0.1N.- Diluir 8.3 mL de ácido clorhídrico concentrado ( $d=1.185$ ) ó 2.8 mL de ácido sulfúrico concentrado ( $d=1.84$ ) y aforar a 1000 mL con agua.
- Solución valorada de ácido clorhídrico ó sulfúrico 0.02N. Diluir 200 mL de solución de ácido clorhídrico ó ácido sulfúrico 0.1N a 1000 mL con agua.

Determinar la normalidad del ácido contra 15 mL de la solución 0.05 N de carbonato de sodio, unos 25 mL de agua y titulando con el potenciómetro (pH cercano a 5). Sacar los electrodos, hervir la muestra suavemente durante 3-5 minutos cubriendo con un vidrio de reloj. Enfriar a temperatura ambiente, enjuagar las paredes del recipiente y titular hasta pH de 4.5.

La normalidad del ácido se calcula con:

$$N \text{ ácido} = \frac{A \times B}{53 \times C}$$

Donde

A = g de carbonato de sodio en un litro de agua



B = mL de carbonato necesarios para la valoración

C = mL de ácido utilizados

53 = equivalentes del carbonato de sodio

1 mL de ácido 0.1 N = 5.0 mg de carbonato de calcio

- Solución indicadora de fenolftaleína.- Disolver 5 g de la sal de fenolftaleína en 500 mL de alcohol etílico al 95% y aforar a un litro con agua destilada. Si es necesario agregue hidróxido de sodio 0.02 N gota a gota hasta que la solución alcance un ligero color rosado.
- Solución indicadora de verde de bromocresol.- Disolver 100 mg de sal sódica de verde de bromocresol en 100 mL de agua destilada.
- Indicador de anaranjado de metilo.- Disolver 0.5 g de anaranjado de metilo en un litro de agua.
- Solución de tiosulfato de sodio 0.1 M.- Disolver 25 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua destilada y diluya a 1000 mL.

## 10. PROCEDIMIENTO

### 10.1. Método potenciométrico.

Ajustar el potenciómetro a un pH de 4.0 con la solución buffer. Enjuagar cuidadosamente los electrodos con agua destilada y secar con papel de textuta fina. Repetir el procedimiento con la solución buffer de pH de 9.0.

Transferir 100 mL de muestra a un vaso de precipitados. Sumergir los electrodos y la barra magnetica en la muestra. Iniciar la agitación y titular con una solución valorada de ácido 0.02N.

Tomar la lectura hasta obtener un pH de 8.3 para la alcalinidad a la fenolftaleína y hasta obtener un pH de 4.5 para alcalinidad al anaranjado de metilo.

Nota.- Para concentraciones de alcalinidad menores de 10 mg/mL se sigue el mismo procedimiento. Una vez que se ha obtenido el pH de 4.5, continuar titulado hasta obtener un pH de 4.2 y anotar ambas lecturas. Debido a que las cantidades de solución tituladora son muy pequeñas, se debe usar una microbureta.

### 10.2. Método volumétrico

#### 10.2.1. Con fenolftaleína.

En el caso de aguas potables o claras, transferir 100 mL de muestra a un matraz erlenmeyer. Si la muestra contiene cloro residual, se elimina adicionando 0.05 mL (una gota) de solución de tiosulfato de sodio 0.1 M.

Agregue 0.2 mL (5 gotas) de solución indicadora de fenolftaleína y titule con ácido sulfúrico 0.02 N hasta la coloración correspondiente al punto de equivalencia de pH = 8.3, anote el volumen de titulante gastado.

#### 10.2.2. Con anaranjado de metilo.

Adicione 0.2 mL (5 gotas) de solución indicadora de verde de bromocresol y titule con ácido sulfúrico 0.02 N hasta la primera aparición del color amarillo (pH = 4.5), anote el volumen total de titulante gastado.

En caso de utilizar anaranjado de metilo en este punto, titular igualmente hasta la primera aparición del tono anaranjado.

#### 10.3. Cálculos

La alcalinidad a la fenolftaleína expresada en mg/L de carbonato de calcio, se calcula mediante la siguiente expresión.

$$\text{Como CaCO}_3, \text{ en mg/L} = \frac{V_2 \times N}{V_1} \times 50 \times 1000$$

En donde:

$V_2$  = Volumen, total gastado en la titulación con la solución ácida, para un pH = 8.3

$V_1$  = Volumen de muestra

$N$  = Normalidad del ácido

50 = equivalente químico del Ca CO<sub>3</sub>.

$$\text{Alcalinidad total como CaCO}_3, \text{ en mg/L} = \frac{V_3 \times N}{V_1} \times 50 \times 1000$$

En donde:

$V_3$  = Volumen total gastado en la titulación, (del pH inicial de la muestra hasta el pH de 4.5).

$V_1$  = Volumen de muestra

$N$  = Normalidad del ácido

50 = equivalente químico del Ca CO<sub>3</sub>.

Para concentraciones menores de 10 mg/L

$$\text{Alcalinidad total como CaCO}_3, \text{ en mg/L} = \frac{(2V_4 - V_5)}{V_1} \times 50 \times 1000$$

En donde:

$V_4$  = Volumen gastado en la titulación hasta un pH de 4.5

$V_5$  = Volumen gastado en la titulación hasta el punto final de pH = 4.2

#### 10.4. Interpretación de resultados.

Nota: Existen tres principales formas de alcalinidad, carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos y algunos ácidos débiles como silícico, fosfórico y bórico. Aunque se observa que en algunos casos existe incompatibilidad entre los hidróxidos y bicarbonatos en una misma muestra. Cuando los resultados se obtienen estequiométricamente, la concentración de los iones no es representada en los resultados. De acuerdo a la siguiente tabla se tiene que:

Resultados de la titulación como CaCO <sub>3</sub>	Hidróxidos alcalinos como CaCO <sub>3</sub>	Carbonatos alcalinos como CaCO <sub>3</sub>	Bicarbonatos alcalinos como CaCO <sub>3</sub>
F = 0	0	0	T
F < ½T	0	2F	T-2F
F = ½T	0	2F	0
F > ½T	2F - T	2(T - F)	0
F = T	T	0	0

En donde:

F = Alcalinidad con fenolftaleína

T = Alcalinidad Total

- 1) Los carbonatos alcalinos se presentan cuando la alcalinidad con fenolftaleína no es cero, pero sí es menor que la alcalinidad total.
- 2) Los hidróxidos alcalinos se presentan si la alcalinidad con fenolftaleína es mayor que la mitad de la alcalinidad total.
- 3) Los bicarbonatos alcalinos se presentan si la alcalinidad con fenolftaleína es menor que la mitad de la alcalinidad total.

Si el valor de pH en el agua fue determinado por medios electrométricos, y se calcularon los hidróxidos como mg/L de CaCO<sub>3</sub>, los mg/L de carbonatos y bicarbonatos pueden calcularse como CaCO<sub>3</sub> de los mg/L de hidróxidos. La alcalinidad con fenolftaleína y la alcalinidad total se da con las siguientes ecuaciones:



$$\text{CO}_3^{2-} = 2F - 2(\text{OH})^-$$

$$\text{HCO}_3^- = T - 2F + \text{OH}^-$$

## 11. PRECISION

Para la presente técnica se ha estimado una precisión de  $\pm 1$  mg/L y una exactitud de  $\pm 3$  mg/L expresado como  $\text{CaCO}_3$ .

## 11. BIBLIOGRAFIA

- Norma Oficial Mexicana  
NOM-AA-36-1980.-Incisos 1, 7, 8, 11.2 y 13.1.2.  
"Agua.- Determinación de Acidez Total y Alcalinidad Total."
- Ayres, G.H., Análisis Químico Cuantitativo.- Editorial Harla.- 7ª reimpresión, México 1981.-Parte III, Capítulo 23, Teoría de la Neutralización.- Págs. 229 a 331.
- APHA-AWWA-WPCF.- Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales.- 1ª Edición en español.- Ed. Díaz de Santos, S.A., Madrid, 1992.-Método 2320 B.- Págs. 2-38 a 2-43.

**FACULTAD DE INGENIERÍA  
REPORTE DE LA PRÁCTICA**

<b>Nombre de la práctica</b>
------------------------------

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_  
Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

<b>RESULTADOS</b>
-------------------

<b>CONCLUSIONES Y COMENTARIOS</b>

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_\_\_ No \_\_\_\_\_  
Comentarios \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

<b>Nombre del Instructor:</b>	
<b>Firma</b>	<b>Sello</b>

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA  
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL

AgPo-05 DETERMINACION DE ACIDEZ

METODO: POTENCIOMETRICO  
METODO: VOLUMETRICO

### 1. OBJETIVO.

Establecer los métodos potenciométrico y volumétrico para la determinación de acidez en el agua.

### 2. CAMPO DE APLICACIÓN.

El método potenciométrico es aplicable en aguas naturales, residuales y superficiales claras o turbias.

El método volumétrico tiene un campo de aplicación más restringido, ya que sólo puede utilizarse en muestras claras independientemente de su origen. En ningún caso se deberán usar decolorantes.

### 3. IMPORTANCIA SANITARIA.

Hasta la fecha no se ha demostrado que el CO<sub>2</sub> sea especialmente perjudicial al organismo. Sin embargo, tanto la presencia de este gas como la acidez mineral constituyen un serio problema porque le comunican al agua un alto poder corrosivo, lo que afecta a las tuberías tanto metálicas como de asbesto-cemento. Lo anterior puede dar lugar a la liberación de minerales de la tubería que posteriormente se incorporarán al agua, alterándola.

Cuando se emplean procesos de tratamiento biológico el pH debe mantenerse entre los valores de 6 y 9.5, por lo que debe controlarse la cantidad de CO<sub>2</sub> o acidez mineral de manera que se mantenga el pH dentro de los límites.

### 4. REFERENCIAS.

Los métodos aquí descritos se complementan con:

- MANUAL DE MUESTREO, MEDICIONES DE CAMPO EN CUERPOS DE AGUA Y DESCARGAS DE AGUAS RESIDUALES.
- POTENCIAL DE HIDROGENO (pH) Método Potenciométrico



## 5. FUNDAMENTO.

La acidez del agua es su capacidad cuantitativa para reaccionar con una base fuerte hasta un pH determinado. El valor medido puede variar significativamente con el pH utilizado como punto final para la determinación. La acidez del agua sólo puede ser interpretada en términos de sustancias específicas cuando se conoce la composición química de la muestra.

Los ácidos contribuyen a la corrosividad del agua e influyen en las velocidades de reacción química, la especificidad química y los procesos biológicos. La medida de la acidez también refleja un cambio en la calidad de una fuente de agua.

El método volumétrico se basa en que los iones hidrógeno presentes en una muestra como resultado de disociación o hidrólisis de solutos, reaccionan con adiciones de álcali estándar. Tradicionalmente se identifica la acidez total como "acidez a la fenolftaleína" (pH = 8.3) y la acidez alcanzada a pH de 4.5 como "acidez al anaranjado de metilo".

Cuando se analizan muestras claras, se pueden utilizar los indicadores, pero en el caso de las muestras turbias, se deben realizar las titulaciones con el potenciómetro hasta alcanzar los valores de pH arriba indicados.

## 6. PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO.

La muestra debe ser analizada inmediatamente después de su toma, en caso contrario, debe conservarse en refrigeración a 4°C y durante un período que no exceda de 24 horas.

Dado que las muestras residuales pueden estar sujetas a la acción microbiana y a pérdidas o ganancias de CO<sub>2</sub> u otros gases cuando se exponen al aire, las muestras deben analizarse preferiblemente el primer día. Si se sospecha la presencia de alguna actividad biológica, analizarlo dentro de las 6 primeras horas. Evítese la agitación de la muestra y su exposición prolongada al aire.

## 7. INTERFERENCIAS.

Los gases disueltos que contribuyen a la acidez o a la alcalinidad, tales como dióxido de carbono, sulfuro de hidrógeno o amoníaco, pueden perderse o agregarse durante el muestreo, el almacenamiento o la titulación. Minimice tales efectos realizando la titulación completa inmediatamente después de abrir el recipiente con la muestra y evitando una agitación o mezclado muy vigorosos, protegiendo la muestra de la atmósfera durante la titulación y evitando el calentamiento de la misma.

Los jabones, la materia grasa, los sólidos suspendidos o los precipitados pueden cubrir el electrodo de vidrio y causar una respuesta enmascarada. Espere un tiempo adicional entre cada porción de titulante añadido, para permitir que el electrodo se equilibre, o bien, limpie los electrodos ocasionalmente. No filtre, diluya, concentre ni altere la muestra.

## 8. EQUIPO Y MATERIAL.

### 8.1 Equipo.

- Potenciómetro.
- Agitador y magneto.
- Equipo de filtración con matraz kitazato, alargadera y sistema de vacío.
- Horno de secado para trabajar a 105 °C.
- Balanza analítica.

### 8.2. Material.

- Bureta de 50 ml.
- Vasos de precipitados de 100 ml.
- Matraces aforados de 1000 ml.
- Crisol de Gooch.
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml.
- Termómetro con escala de 0 a 100 °C.

## 9. REACTIVOS Y PREPARACION DE SOLUCIONES.

### 9.1. Reactivos

- Biftalato de potasio ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ .)
- Hidróxido de sodio en lentejas ( $\text{NaOH}$ .)
- Fenolftaleína, sal disódica, indicador.
- Alcohol etílico al 95%.
- Azul de bromofenol, sal sódica, indicador.
- Tiosulfato de sodio pentahidratado ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .)
- Solución buffer de pH = 4.
- Solución buffer de pH = 9.

### 9.2. Preparación de soluciones.

- Agua exenta de  $\text{CO}_2$ . Preparar todas las soluciones con agua destilada o deionizada hervida durante 15 minutos y enfriada a temperatura ambiente. El pH final deberá de ser mayor o igual a 6 y su conductividad menor a 2 micromhos/cm.

- Solución de biftalato de potasio aproximadamente 0.05 N.- Se trituran 15 ó 20 g de  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  patrón primario; pasar por una malla de 100 y secar a  $120^\circ\text{C}$  durante dos horas. Enfriar en el desecador. Pesar  $10.0 \pm 0.5$  g y transferir a un matraz volumétrico de un litro y aforar a la marca.

- Solución valorada de hidróxido de sodio 0.1 N.- Disolver en 10 mL de agua destilada 11.0 g de  $\text{NaOH}$ , enfriar y filtrar en un gooch; tomar 5.45 mL de filtrado claro y aforar a un litro con agua destilada. Guardar la solución en un frasco tapado.

Determinar la normalidad del  $\text{NaOH}$  valorando contra la solución de biftalato de potasio 0.05 N. Calcular la normalidad del  $\text{NaOH}$  con:

$$N = \frac{AXB}{204.2XC}$$

Donde:

A = g de biftalato pesado en el matraz de 1 litro.

B = mL de biftalato gastados en la valoración.

C = mL de Na OH utilizados.

Ajuste a la solución a 0.1000 N; 1 ml = 5.00 mg de  $\text{CaCO}_3$

- Solución valorada de hidróxido de sodio 0.02 N.- Diluir 200 ml de la solución de Na OH 0.1 N en un litro de agua. Determinar la normalidad del NaOH del mismo modo que en el inciso anterior.

1 ml de NaOH = 0.02 N = 1.0 mg de  $\text{CaCO}_3$

- Solución indicadora de fenolftaleína.- Disolver 5 g de la sal de fenolftaleína en 500 ml de alcohol etílico al 95% y aforar a un litro con agua destilada. Si es necesario agregue hidróxido de sodio 0.02 N gota a gota hasta que la solución alcance un ligero color rosado.

- Solución de azul de bromofenol.- Disolver 100 mg de sal sódica de azul de bromofenol en 100 ml de agua destilada.

- Solución de tiosulfato de sodio 0.1 M.- Disolver 25 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua destilada y diluya a 1000 ml.

## 10. PROCEDIMIENTO.

### 10.1. Método potenciométrico.

Ajustar el potenciómetro a un pH de 4.0 con la solución buffer. Enjuagar cuidadosamente los electrodos con agua destilada y secar con papel de textura fina. Repetir el procedimiento con la solución buffer de pH de 9.0.

Transferir 100 ml de la muestra a un vaso de precipitados. Sumergir los electrodos y la barra magnética en la muestra. Iniciar la agitación y valorar con hidróxido de sodio 0.02 N hasta llegar a un pH de 4.5 y anotar el volumen empleado.

Continuar añadiendo hidróxido de sodio hasta alcanzar un pH de 8.3 y tomar la lectura final. Calcular por separado la acidez a un pH de 4.5 y a un pH de 8.3.



## 10.2. Método volumétrico

En el caso de aguas potables o claras, transferir 100 mL de muestra a un matraz erlenmeyer. Si la muestra contiene cloro residual, se elimina adicionando 0.05 mL (una gota) de solución de tiosulfato de sodio 0.1 M.

### 10.2.1. Acidez al anaranjado de metilo.

Agregue 2 gotas del indicador de anaranjado de metilo y se proceda a titular con la solución de hidróxido de sodio 0.02 N hasta que el color vire a un tono anaranjado débil, característico de un pH de 4.5.

### 10.2.2. Acidez a la fenolftaleína.

Agregue 0.2 mL (5 gotas) de solución indicadora de fenolftaleína y titule con la solución de hidróxido de sodio 0.02 N hasta la primera aparición del tono rosa. (pH = 8.3).

## 10.3. Cálculos

$$\text{Acidez} = V_2 N (50)(1000) / V_1$$

Donde:

$V_2$  = volumen de NaOH utilizado para pH 4.5 y/o pH de 8.3

$V_1$  = volumen de la muestra

N = normalidad del NaOH

B = equivalente del  $\text{CaCO}_3$

## 11. PRECISION.

Para la presente técnica se ha estimado una precisión de  $\pm 1$  mg/L y una exactitud de  $\pm 3$  mg/L expresado como  $\text{CaCO}_3$ .

## 12. BIBLIOGRAFIA.

- APHA-AWWA-WPCF.- Standard Methods for the examination of water and wastewater.- Editado por Clesceri, L.S., Greenberg, A.E. y Trussel, R.R.- 17<sup>o</sup> Edición.- U.S.A. 1989.-Método 2310 B.-Págs. 2-33 a 2-37.

- Ayres, G.H., Análisis Químico Cuantitativo.-Editorial Harla.- 7<sup>o</sup> reimpresión, México 1981.-Parte III, Cap. 23 Teoría de la Neutralización.- Págs. 229 a 331.

NORMA OFICIAL MEXICANA.- "Determinación de acidez total y alcalinidad total".- NOM-AA-36-1980.-Incisos 1, 7, 8 y 13.1.2

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA  
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL  
REPORTE DE LA PRÁCTICA**

**Nombre de la práctica**

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_

Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

**RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y COMENTARIOS**

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_\_\_ No \_\_\_\_\_

Comentarios \_\_\_\_\_

**Nombre del Instructor:**  
**Firma**

## 5. FUNDAMENTO

Analíticamente, el nitrógeno orgánico y el amoníaco se pueden determinar juntos y se han denominado "nitrógeno total Kjeldahl". Para su determinación se sigue la misma técnica que para la determinación del nitrógeno orgánico.

El nitrógeno orgánico se define funcionalmente como nitrógeno ligado orgánicamente en el estado de oxidación trinegativo. El nitrógeno orgánico incluye productos naturales, como las proteínas y péptidos, ácidos nucleicos y urea y numerosos materiales orgánicos sintéticos, pero no incluye a todos los compuestos orgánicos del nitrógeno.

Mediante digestión en presencia de ácido sulfúrico, sulfato de potasio y sulfato mercúrico, el nitrógeno de compuestos orgánicos se convierte en sulfato de amonio. El amoníaco libre y también el nitrógeno amoniacal se transforman en sulfato de amonio, el cual se convierte en borato de amonio al destilar el amoníaco y recibirlo en una solución de ácido bórico. La cantidad de borato de amonio formada se determina mediante titulación con ácido sulfúrico.

## 6. PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO

A la muestra recién colectada debe adicionársele ácido sulfúrico hasta tener un pH menor de 2 y mantenerla en refrigeración a 4°C para su transporte y almacenamiento si es que el análisis no se realizará de inmediato.

## 7. INTERFERENCIAS

La glicina, la urea, el ácido glutámico, los cianatos y la acetamida se hidrolizan muy lentamente en soluciones en reposo, pero sólo la urea y los cianatos se hidrolizan en la destilación a pH 9.5.

Si los nitratos se encuentran en una concentración mayor a 10 mg/L, pueden oxidar una porción del amoníaco liberado del nitrógeno orgánico durante la digestión, produciendo  $N_2O$  y disminuyendo así el resultado final.

Si la muestra contiene una cantidad muy grande de sal o de sólidos inorgánicos solubles durante la digestión, la temperatura puede incrementarse hasta más de 400 °C, temperatura a la cual empieza a producirse la pérdida pirolítica del nitrógeno. La adición de 1 mL de ácido sulfúrico por gramo de sal a la muestra reduce este efecto, pero la adición de un exceso de ácido reduce tanto la temperatura de digestión que ésta resulta incompleta. Si es necesario añádase más hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio antes del paso final de destilación para neutralizar el exceso de ácido.

Las cantidades grandes de sal o sólidos pueden causar sobresaltos en la destilación. Si así fuera, añádase más agua de dilución a las muestras, tras la digestión. Dado que los reactivos pueden contener trazas de amoníaco, trátase el blanco de reactivos igual que las muestras.



## 8. EQUIPO Y MATERIAL

### 8.1. Equipo

- Horno de secado para trabajar a 250°C
- Parrilla de agitación
- Balanza analítica de alta sensibilidad
- Aparato Kjeldahl para la determinación de nitrógeno que consta de:  
Digestor con sistema de extracción de humos Destilador con sistema de condensación para mantener la temperatura por debajo de 29°C.
- Potenciómetro

### 8.2. Material

- Matraces Kjeldahl de 800 mL
- Matraces erlenmeyer de 500 mL
- Matraces aforados de 1000 mL
- Vasos de precipitados de 100 mL
- Pipetas volumétricas de 10, 20, 25 y 50 mL
- Bureta de 50 mL con soporte
- Perlas de vidrio
- Probetas graduadas de 50 y 100 mL
- Pipetas graduadas de 5 y 10 mL

## 9. REACTIVOS Y PREPARACION DE SOLUCIONES

### 9.1. Reactivos

- Hidróxido de sodio en lentejas (NaOH)
- Tetraborato de sodio ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ )
- Acido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Carbonato de sodio, patrón primario ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )
- Acido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )
- Rojo de metilo, indicador
- Azul de metileno, indicador
- Oxido mercúrico rojo ( $\text{HgO}$ )
- Sulfato de potasio ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )
- Sal disódica de fenolftaleína, indicador
- Alcohol etílico al 95% o isopropanol
- Tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )

### 9.2. Preparación de soluciones

- Solución de hidróxido de sodio 0.1 N.  
Disolver 4 g de hidróxido de sodio en agua y aforar a 1000 mL.
- Solución de tetraborato de sodio 0.025 M.  
Disolver 9.5 g de tetraborato de sodio ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) en agua destilada y aforar a 1000 mL.
- Solución amortiguadora.  
Adicionar 88 mL de una solución de hidróxido de sodio 0.1 N a 500 mL de solución de tetraborato de sodio 0.025 M y aforar a un litro.

- Solución de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 0.02 N.  
Disolver en agua 3 mL de ácido sulfúrico concentrado y llevar a un litro con agua destilada, de esta solución tomar 200 mL y llevar a un litro.

Para valorar la solución anterior prepare una solución de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), aproximadamente 0.05 N, para lo cual se seca el patrón primario (3 ó 5 g a  $250^\circ\text{C}$ ) 4 horas y se enfría en el desecador. Pesar  $2.5 \pm 0.2$  g y aforar a un litro con agua destilada (no almacenar la solución por más de una semana); valore con esta solución el ácido sulfúrico 0.02 N, usando la siguiente fórmula para calcular su normalidad exacta.

$$N \text{ ácido} = \frac{A \times B}{53.00 \times C}$$

donde,

A = g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en un litro de agua  
 B = mL de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  necesarios para la neutralización  
 C = mL de ácido utilizados.  
 53.00 = equivalentes del carbonato

- Solución de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 6 N.  
Disuelva 240 g de hidróxido de sodio en 400 mL de agua destilada recientemente hervida y enfriada, agite perfectamente y aforar a un litro cuando esté disuelto.
- Solución indicadora de ácido bórico.  
Disolver en agua 20 g de ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ), agregar 10 mL de la solución indicadora mixta y aforar a un litro.
- Solución indicadora mixta.  
Mezclar dos volúmenes de rojo de metilo al 0.2% en etanol, con un volumen de azul de metileno al 0.2% en etanol. Esta solución debe prepararse por lo menos cada 30 días.
- Solución de sulfato mercúrico.  
Disolver 8 g de óxido mercúrico rojo ( $\text{HgO}$ ) en 50 mL de ácido sulfúrico 6N y aforar a 100 mL con agua.
- Solución de ácido sulfúrico-sulfato mercúrico-sulfato de potasio.  
Disolver en 650 mL de agua 134 g de sulfato de potasio ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) adicionar 200 mL de ácido sulfúrico concentrado. Añadir 25 mL de solución de sulfato mercúrico y aforar a un litro. Para evitar que cristalice este reactivo deberá mantenerse a una temperatura mayor de  $287^\circ\text{K}$  ( $14^\circ\text{C}$ ).
- Solución de hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio.  
Disolver en agua fría 500 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) y 25 g de tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) y aforar a un litro.
- Solución indicadora de fenoltaleína.  
Disolver 5 g de sal de fenoltaleína en 500 mL de alcohol etílico al 95% o isopropanol y aforar a un litro con agua. Si es necesario agregue gota a

gota hidróxido de sodio 0.02 N hasta que la solución alcance un ligero color rosado.

## 10. PROCEDIMIENTO

### 10.1. Selección del tamaño de muestra

La determinación se puede realizar con el residuo que sobró al cuantificar nitrógeno amoniacal. Sin embargo, cuando se desea determinar el nitrógeno total, el nitrógeno orgánico solo o se espera que la muestra tenga poco nitrógeno amoniacal y más nitrógeno orgánico, se puede seleccionar el volumen de muestra de acuerdo a la siguiente tabla:

Nitrógeno orgánico en la muestra (mg/L)	Tamaño de muestra mL
0 - 1	500
1 - 10	250
10 - 20	100
20 - 50	50
50 - 100	25

### 10.2. Digestión de la muestra

Dejar enfriar el residuo producto de la destilación contenido en el matraz Kjeldahl. Si la determinación se hace con muestra nueva, colocar el volumen seleccionado de acuerdo a la tabla anterior en un matraz Kjeldahl de 800 mL. Añadir 50 mL de la solución de ácido sulfúrico-sulfato mercúrico-sulfato de potasio. Conectar al aparato de digestión. Calentar la mezcla en el matraz Kjeldahl a una temperatura que no exceda los 371 °C, hasta que los gases de SO<sub>3</sub> (vapores blancos) se eliminen y la solución se torne incolora o amarilla pálido y transparente en ambos casos; a partir de este momento se mantiene el calentamiento durante 20 minutos más. La digestión se debe efectuar bajo condiciones satisfactorias de ventilación y extracción de gases.

### 10.3. Destilación de la muestra

Dejar enfriar la solución, añadir 300 mL de agua y 5 gotas de la solución indicadora de fenolftaleína.

Poner el matraz en posición ligeramente inclinada y agregar por escurrimiento lento en las paredes del matraz y sin mezclar, aproximadamente 50 mL de solución de hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio hasta que el matraz se conecte al aparato de destilación. Procurando formar dos capas.

Conectar inmediatamente el matraz al bulbo del aparato de destilación. Agitar y verificar la alcalinidad de la solución de acuerdo con el cambio de color de la misma (de incoloro a rosa). en caso de que no se haya alcanzado la alcalinidad, agregar un exceso de la solución de hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio hasta la obtención de una coloración rosa. La muestra se destila y se cuida que la



temperatura del condensador no pase de 29 °C, se recolecta el condensado en el matraz receptor con la punta del tubo del refrigerante sumergida en 50 mL de la solución de ácido bórico.

La destilación se suspende cuando se hayan recolectado aproximadamente 300 mL de destilación, incluyendo los 50 mL de la solución de ácido bórico con la solución indicadora mixta.

#### 10.4. Valoración

Retirar el matraz colector enfriar a temperatura ambiente y valorar con solución de ácido sulfúrico 0.02N hasta que la solución vire de un verde esmeralda a tono morado.

#### 10.5. Cálculos

Se calcula el nitrógeno orgánico en mg/L, con la fórmula siguiente:

$$\text{Nitrógeno orgánico en mg/L} = \frac{(A - B) \times N}{V} \times 14 \times 1000$$

donde,

A = Volumen en mL de solución de ácido sulfúrico empleado para valorar la muestra correspondiente al nitrógeno orgánico.

B = Volumen en mL de solución de ácido sulfúrico empleado para valorar el testigo.

N = Normalidad de la solución de ácido sulfúrico

V = Volumen en mL de muestra

14 = Equivalente del nitrógeno.

En el caso que B sea mayor que A, se repite la prueba y se recomienda emplear mayor volumen de muestra.

El nitrógeno total en mg/L = nitrógeno orgánico en mg/L + nitrógeno amoniacal en mg/L + nitrógeno de NO<sub>3</sub> + nitrógeno de NO<sub>2</sub>.

## 11. PRECISION

La diferencia entre las determinaciones efectuadas por duplicado, no deben de exceder ± 0.03 mg/L para concentraciones de 1 a 5 mg/L y de 0.13 mg/L para concentraciones de 6 a 50 mg/L. En caso contrario, se recomienda repetir la determinación.

## 12. BIBLIOGRAFIA

- APHA-AWWA-WPCF.- STANDARD METHODS for the examination of water and wastewater.-Método 4500-Norg.- Editado por Clesceri, L.S., Greenberg, A.E. y Trussel R.R.- 17ª Edición, U.S.A. 1989. Págs. 4-143 a 4-147.

- APHA-AWWA-WPCF.- Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales.-Método 4500 Norg.- 1ª Edición en español.- Ed. Díaz de Santos, S.A., Madrid, 1992. Págs. 4-162 a 4-166.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.- ANALISIS DE AGUA.- Determinación de Nitrógeno Total.- NOM-AA-26-1980.- Incisos 5,7 y 9.

**FACULTAD DE INGENIERÍA  
REPORTE DE LA PRÁCTICA**

Nombre de la práctica

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_  
Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

**RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y COMENTARIOS**

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_ No \_\_\_

Comentarios \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA  
FACULTAD DE INGENIERÍA**

**AgR-07 DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL**

**MÉTODO: CLORURO ESTANOSO**

**Y DEL ÁCIDO VANADOMOLIBDOFOSFÓRICO**

**1. OBJETIVO**

Establecer los métodos del cloruro estanoso y del ácido vanadomolibdofosfórico para la determinación de fósforo total en aguas residuales, naturales y residuales tratadas.

**2. CAMPO DE APLICACIÓN**

Los métodos del cloruro estanoso y del ácido vanadomolibdofosfórico para la determinación de fósforo total son aplicables a cualquier tipo de agua residual, natural y residual tratada.

**3. IMPORTANCIA SANITARIA**

El fósforo generalmente se encuentra en aguas naturales, residuales y residuales tratadas como fosfatos. Éstos se clasifican como ortofosfatos, fosfatos condensados y compuestos organofosfatados. Estas formas de fosfatos provienen de una gran cantidad de fuentes, tales como productos de limpieza, fertilizantes, procesos biológicos, etc.

El fósforo es un nutriente esencial para el crecimiento de organismos, por lo que la descarga de fosfatos en cuerpos de aguas puede estimular el crecimiento de macro y microorganismos fotosintéticos en cantidades nocivas. Los análisis de fósforo son importantes en el control de procesos de tratamiento de aguas residuales y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertido.

**4. REFERENCIAS**

Los métodos aquí descritos se complementan con:

- MANUAL DE MUESTREO, MEDICIONES DE CAMPO EN CUERPOS DE AGUA Y DESCARGA DE AGUAS RESIDUALES

## 5. FUNDAMENTO

Método cloruro estanoso

Este método se basa en la reacción del fósforo contenido en la muestra como ortofosfato con el ácido molibdico para formar el ácido 12-molibdofosfórico según la reacción:



El ácido 12-molibdofosfórico es reducido por el cloruro de estaño a azul de molibdeno, Compuesto de composición desconocida que contiene una mezcla de Mo (VI) y Mo (V), que absorbe a 690 nm. La intensidad del color azul formado depende de la concentración de fosfatos adicionados al heteropoliácido. El método es aplicable cuando el contenido de fósforo en las muestras se encuentra entre las concentraciones de 0,01 mg P/L a 6,0 mg P/L. Todo el fósforo contenido en la muestra debe estar como ión ortofosfato  $(\text{PO}_4)_3^-$ , ya que el método espectrofotométrico es esencialmente específico para este ión ortofosfato  $(\text{PO}_4)_3^-$ . La materia orgánica de la muestra es destruida por medio de una digestión con persulfato de amonio y ácido sulfúrico, rompiendo las ligaduras orgánicas del fósforo (C-P y/o C-O-P), e hidrolizando los polifosfatos a ortofosfatos.

Método ácido vanadomolibdofosfórico.

En una disolución diluida de ortofosfatos, el molibdato de amonio reacciona en condiciones ácidas con el vanadato para formar un heteropoliácido, ácido vanadomolibdofosfórico. En la presencia de vanadio, se forma ácido vanadomolibdofosfórico de color amarillo. La longitud de onda a la cual la intensidad del color es medida depende de la detección requerida. La intensidad del color amarillo es directamente proporcional a la concentración de fosfato.

## 6. PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO

Tomar un mínimo de 500 mL de muestra en envases de plástico. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples. Si la muestra solamente es analizada para determinar la forma de fósforo disuelto, filtrar la muestra inmediatamente después de la colecta a través de un papel filtro de poro fino. Conservar en refrigeración a 4°C. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

## 7. INTERFERENCIAS

Arseniato, fluoruro, torio, bismuto, sulfuro, tiosulfato, tiocianato o excesos de molibdato interfieren. El hierro en su forma ferrosa produce un color azul, pero no afecta a los resultados, si su concentración es menor a 100 mg/L. La interferencia de sulfuro puede eliminarse por oxidación con agua de bromo. Los siguientes iones no interfieren en concentraciones superiores a 1 g/L:  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{U}^{4+}$ ,  $\text{Zr}^{4+}$ ,  $\text{AsO}_3^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{SiO}_4^{4-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ , pirofosfato, molibdato, tetraborato, selenato, benzoato, citrato, oxalato, lactato, tartrato, formiato y salicilato.



## 8. EQUIPO Y MATERIAL

### Equipo

- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- Placa de calentamiento: Una superficie de 30 cm X 50 cm es adecuada.
- Autoclave: Puede utilizarse un autoclave capaz de alcanzar de 98 kPa a 137 kPa en lugar de la placa de calentamiento.
- Espectrofotómetro: Para utilizarse de 190 nm a 900 nm y equipado con celda de 1 cm de paso óptico de luz.

### Materiales

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

- Embudo de filtración y papel filtro cualitativo Whatman 42 o equivalente.

## 9. REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico, a menos que se indique otro grado.

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

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

### Generales

Fosfato monobásico de potasio anhidro ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

Disolución madre de fosfato. Pesar aproximadamente y con precisión 219,5 mg de fosato monobásico de potasio anhidro previamente secado a 105°C durante dos horas, aforar con agua a 1 L; 1,0 mL = 50,0  $\mu\text{g}$  de P como  $\text{PO}_4^{3-}$ .

Fenolftaleína

Ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

Persulfato de amonio [ $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ] o persulfato de potasio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )

Hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ )

Disolución de ácido fuerte. Cuidadosamente adicionar 300 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.1.4) a aproximadamente 600 mL de agua. Dejar enfriar y agregar 4 mL de ácido nítrico concentrado y aforar a 1 L con agua.

### Método cloruro estanoso

Ácido nítrico concentrado ( $\text{HNO}_3$ )

Glicerol ( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ )

Cloruro estanoso dihidratado ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )



Heptamolibdato de amonio tetrahidratado  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$

Disolución de ácido fuerte: Cuidadosamente adicionar 300 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 9.1.4) a aproximadamente 600 mL de agua. Dejar enfriar y agregar 4 mL de ácido nítrico concentrado y aforar a 1L con agua.

Disolución de cloruro estanoso: Pesar aproximadamente y con precisión 2,5 g de cloruro estanoso dihidratado (ver inciso 9.2.3) y disolver en 100 mL de glicerol. Calentar en baño de agua y agitar con una varilla de vidrio. El reactivo es estable y no requiere de la adición de conservadores o almacenamiento especial.

Disolución de heptamolibdato de amonio tetrahidratado: Disolver 25 g de heptamolibdato de amonio tetrahidratado (ver inciso 9.2.4) en 75 mL de agua. Con mucho cuidado agregar 280 mL de ácido sulfúrico (ver inciso 9.1.4) a 400 mL de agua, enfriar y adicionar al heptamolibdato de amonio tetrahidratado y diluir a 1 L.

#### Método vanadomolibdofosfórico:

Carbón activado libre de fosfatos

Ácido clorhídrico concentrado (HCl)

Metavanadato de amonio ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ )

Hidróxido de sodio (NaOH)

Ácido clorhídrico (1:1). Agregar cuidadosamente 100 mL de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 9.3.2) a 100 mL de agua, lentamente. La concentración del ácido no es crítica para la determinación, pero se recomienda una concentración final en la muestra de 0,5 N.

Disolución A. Pesar aproximadamente y con precisión 25,0 g de heptamolibdato de amonio (ver inciso 9.2.4), y diluir en 300 mL de agua.

Disolución B. Pesar aproximadamente y con precisión 1,25 g de metavanadato de amonio (ver inciso 9.3.3) y diluir en 300 mL de agua destilada, calentar hasta ebullición. Enfriar y añadir 330 mL de ácido clorhídrico concentrado (ver inciso 9.3.2). Dejar enfriar a temperatura ambiente.

Disolución reactivo vanado-molibdato: Adicionar la disolución A (ver inciso 9.3.6) a la disolución B (ver inciso 9.3.7), mezclar y aforar a 1 L.

Disolución de hidróxido de sodio (1N). Pesar aproximadamente y con precisión 40 g de hidróxido de sodio (ver inciso 4.3.4) y diluir con 500 mL de agua, agitar y dejar enfriar, agregar más agua y en cada ocasión agitar y dejar enfriar hasta que el volumen final sea de 1 L.

## 10. PROCEDIMIENTO

### Digestión de la muestra

Preparación de la muestra por medio de la digestión con persulfato:

Usar 50 mL o la porción adecuada de la muestra bien mezclada. Adicionar una gota de fenolftaleína (ver inciso 9.1.3). Si aparece un color rojo, adicionar gota a gota ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 9.1.4) hasta que desaparezca el color. Posteriormente adicionar 1 mL de disolución de ácido fuerte (ver inciso 9.1.7) y 0,4 g de persulfato de amonio o 0,5 g persulfato de potasio (ver inciso 9.1.5).

- 10.1.2 Calentar hasta que rompa la ebullición y mantenerla sobre la placa de calentamiento, por 30 min o 40 min o hasta que el volumen final alcanzado sea de 10 mL. Los compuestos organofosforados pueden requerir de 1,5 h a 2 h para su digestión completa. Enfriar, diluir a 30 mL con agua, adicionar una gota de fenolftaleína (ver inciso 9.1.3), y neutralizar hasta desvanecer a un color rosa pálido con la disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 9.3.9). Alternativamente, calentar por 30 min en un autoclave u olla de presión de 98 kPa a 137 kPa. Enfriar, añadir una gota de fenolftaleína y neutralizar hasta desvanecer a un color rosa pálido con la disolución de hidróxido de sodio (ver inciso 9.3.9). Aforar a 100 mL con agua destilada. En algunas muestras puede formarse un precipitado en esta fase, pero no se debe filtrar. Mezclar bien para cualquier subdivisión de la muestra. El precipitado (posiblemente de fosfato de calcio) se redissuelve bajo condiciones ácidas de la prueba colorimétrica para determinar fósforo.

#### Método cloruro estanoso

- 10.2.1 Ajustar el pH de la muestra. A 100 mL de muestra que contenga no más de 200 µg P y libre de color y turbidez adicionar 1 gota de fenolftaleína (ver inciso 9.1.3). Si la disolución tiene un color rosado, adicionar unas cuantas gotas de disolución de ácido fuerte (ver inciso 9.1.7) para neutralizar.
- 10.2.2 Desarrollo del color en la muestra. Adicionar, agitando fuertemente después de cada adición, 4,0 mL de disolución de heptamolibdato de amonio tetrahidratado (ver inciso 9.2.7) y 0,5 mL (10 gotas) de disolución de cloruro estanoso (ver inciso 9.2.6). La intensidad del color depende de la temperatura ambiente de la disolución final, incrementándose ésta alrededor de 1 % por cada grado centígrado más de temperatura ambiente. Por lo que es importante realizar las mediciones a la misma temperatura.
- 10.2.3 Medición de color. El tiempo en el cual se realiza la medición es importante para tener un buen resultado, la medición debe de efectuarse después de 10 min de haber desarrollado el color, pero antes de 12 min, utilizar el mismo intervalo de tiempo para todas las mediciones, medir la intensidad de color espectrofotométricamente a 690 nm y comparar contra la curva de calibración, utilizar como blanco agua.

**NOTA.-** Es necesario tener un blanco de agua y un blanco de reactivos. Debido a que el color se desarrolla primero de manera progresiva y posteriormente se desvanece, mantener siempre condiciones iguales de tiempos de desarrollo de color y medición para muestras y estándares. Preparar al menos un estándar por cada lote de muestras o una cada día que se realiza la prueba. La curva de calibración es lineal en un intervalo de concentraciones de 0,3 mg/L a 2,0 mg/L.

#### Método ácido vanadomolibdofosfórico.

- 10.3.1 Ajustar el pH de la muestra. Si la muestra tiene un pH mayor a 10,



adicionar una gota de fenolftaleína (ver inciso 9.1.3) a 50,0 mL de la muestra y después eliminar el color rosa con una disolución de ácido clorhídrico (1:1) (ver inciso 9.3.5), antes de diluir a 100 mL.

10.3.2 Remoción del color de las muestras. Remover el exceso de color en las muestras por medio de la adición de 200 mg de carbón activado (ver inciso 9.3.1) a una muestra de 50 mL en un matraz Erlenmeyer y agitar por 5 min, posteriormente filtrar para remover el carbón activado. Comprobar los fosfatos de cada lote de carbón activado.

10.3.3 Desarrollo del color en la muestra. Tomar una alícuota que contenga de 0,05 mg a 1,0 mg de fósforo, en un matraz volumétrico de 50 mL. Añadir 10 mL de la disolución reactivo vanado-molibdato (ver inciso 9.3.8) y diluir hasta la marca con agua. Preparar un blanco usando una cantidad de agua equivalente a la alícuota de la muestra. Después de 10 min o más, medir la absorbancia de una muestra contra un blanco a una longitud de onda de 400 nm a 490 nm, dependiendo de la sensibilidad deseada. Los intervalos de concentración para diferentes longitudes de onda son:

**TABLA 1.- Longitud de onda**

Intervalo de P mg/L	Longitud de onda nm
1,0 - 5,0	400
2,0 - 10	420
4,0 - 20	470

El color es estable por días y su intensidad no se ve afectada por las variaciones de la temperatura ambiente.

## 11. CÁLCULOS

Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación obtenida de la curva de calibración y que es representada por la siguiente ecuación:

$$Y = mX + b$$

donde:

m es la pendiente;

b es la ordenada al origen;

Y es la absorbancia, y

X es la concentración (mg P/L).

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

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

Reportar los resultados en mg P/L con dos décimas, con la precisión correspondiente.



## 12. BIBLIOGRAFIA

- NOM-001-ECOL-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
- NOM-008-SCFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.
- NMX-AA-003-1980 Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.
- NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.
- NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.
- PROY-NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.
- PROY-NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.
- Método 4500-P D, "Stannous Chloride Method", American Public Health Association, "Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater", American Public Health Association, United States of America, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp. 4-106 - 4-112.
- Criterios Ecológicos de Calidad del Agua, publicados en el Diario Oficial de la Federación el 13 de diciembre de 1989.

## 13. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

**FACULTAD DE INGENIERÍA  
REPORTE DE LA PRÁCTICA**

Nombre de la práctica

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_  
Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

**RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y COMENTARIOS**

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_ No \_\_\_

Comentarios \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Nombre del Instructor:

Firma

Sello

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**AgR-08 DETERMINACION DE GRASAS Y ACEITES**

**MA-FQ-21 METODO: EXTRACCION SOXHLET**

**1. OBJETIVO**

Establecer el método gravimétrico para determinar grasas y aceites en agua aplicando el método de extracción soxhlet con hexano.

**2. CAMPO DE APLICACION**

El método de extracción con hexano es adecuado para los lípidos biológicos y los hidrocarburos minerales. También es aplicable en la mayoría de las aguas residuales industriales o los efluentes tratados que contengan estos materiales, aunque la complejidad de la muestra puede dar resultados bajos o altos debido a la ausencia de especificidad analítica. El método no es aplicable para medir fracciones de bajo punto de ebullición que volatilizan a temperaturas por debajo de 70 °C, pero sí es aplicable cuando hay fracciones relativamente polares, de petróleo pesado, o cuando los niveles de grasas no volátiles pueden amenazar el límite de solubilidad del disolvente.

**3. IMPORTANCIA SANITARIA**

Ciertos componentes medidos por este método pueden influir en los sistemas de tratamiento de las aguas residuales. Si se presentan en cantidades excesivas, pueden interferir en los procesos biológicos aerobios y anaerobios y llevan a reducir la eficiencia de tratamiento de las aguas residuales. Cuando son arrojados a las aguas residuales o los efluentes tratados, pueden crear películas de superficie y depósitos en las playas que llevan a la degradación del ambiente.

Es útil conocer la cantidad de grasa y aceite presente para el diseño y el funcionamiento adecuado de sistemas de tratamiento de aguas residuales y puede también evidenciar ciertas dificultades en el tratamiento.

**4. REFERENCIAS**

El método aquí descrito se complementa con:

- MANUAL DE MUESTREO, MEDICIONES DE CAMPO EN CUERPOS DE AGUA Y DESCARGA DE AGUAS RESIDUALES.



## 5. FUNDAMENTO

El método consiste en acidificar una muestra para extraer las grasas y aceites en solución, la grasa es entonces separada por filtración y extraída con un solvente con ayuda del aparato Soxhlet, posteriormente se evapora el solvente y se cuantifica gravimétricamente el material.

En esta determinación no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica. Más bien, se determinan cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad común en el hexano. Por lo tanto, la determinación incluye a cualquier material recuperado como sustancia soluble en el disolvente empleado, dentro de un intervalo de 5 a 1000 mg/L de materia extractable.

## 6. PRESERVACION Y ALMACENAMIENTO

Preservar la muestra con ácido sulfúrico o con ácido clorhídrico hasta pH menor de 2. Una vez preservada la muestra, el análisis se puede realizar hasta en un plazo de 24 horas si se mantiene ésta refrigerada a 4°C.

Es muy importante cuidar que la muestra sea representativa, ya que las características de las grasas y aceites es agruparse en las superficies de los cuerpos de agua, formando natas en determinadas zonas. En caso de grasas y aceites flotantes, la muestra se toma únicamente de la película superficial del agua.

El muestreo se hace con frascos de vidrio de boca ancha, de un litro de capacidad, es conveniente llenar bien el frasco.

En caso de aceites emulsionados, la muestra se toma de 20 a 30 cm de profundidad, cuando no haya mucha turbulencia para asegurar una mayor representatividad. Se recomienda no usar muestras compuestas para la determinación.

## 7. INTERFERENCIAS

Este método es completamente empírico y pueden obtenerse resultados duplicados sólo con ajustarse de forma estricta a todos los detalles. La velocidad y el tiempo de extracción en el aparato Soxhlet deben ser exactamente los especificados debido a la variable solubilidad de las diferentes grasas. Además, la duración del tiempo requerido para secar y enfriar el material extraído no puede ser alterada. Puede que haya un incremento gradual en el peso, debido presumiblemente a la absorción del oxígeno, y/o una pérdida gradual de peso debida a la volatilización.

## 8. EQUIPO Y MATERIAL

### 8.1. Equipo

- Aparato de extracción de Soxhlet con refrigerantes, matraces y mangueras
- Placa de calentamiento, con control de temperatura
- Bomba de vacío u otra fuente de vacío
- Estufa eléctrica, capaz de mantener 103°C
- Balanza analítica con precisión de 0.1 mg
- Estufa de vacío con control de temperatura

## 8.2. Material

- Matraz kitazato de 2000 mL
- Embudo Buchner de 12 cm de diámetro
- Cartuchos de extracción (thimbles)
- Papel filtro de poro medio y de 11 cm de diámetro
- Probeta graduada de 1000 mL
- Pinzas para crisol
- Desecador de vidrio
- Vasos de precipitados de 250 mL o de 400 mL

## 9. REACTIVOS Y PREPARACION DE SOLUCIONES

### 9.1. Reactivos

Los reactivos que se mencionan, deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua se debe entender agua destilada.

- Acido clorhídrico concentrado o
- Acido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ )
- Tierra de diatomáceas (ayuda filtro)
- Hexano normal con punto de ebullición ( $69^\circ C$ ) o freón (1.1.2 tricloro-1,2,2 trifluoretano) con punto de ebullición de  $47.5^\circ C$ .

### 9.2. Preparación de soluciones

- Suspensión de tierra de diatomáceas .- Suspender 10 g de tierra de diatomáceas en 1000 mL de agua.

## 10. PROCEDIMIENTO

### 10.1. Preparación de los matraces

Poner los matraces balón a peso constante en una estufa a  $70^\circ C$ . Enfriar en desecador y pesar.

### 10.2. Preparación del filtro

Con ayuda del vacío pasar aproximadamente 100 mL de la suspensión de la tierra de diatomáceas a través de un papel filtro (hasta la saturación de los poros); se lava con un litro o menos de agua y aplicar el vacío hasta que toda el agua haya sido filtrada.

### 10.3. Filtración de la muestra

Pasar la muestra acidificada a través del filtro preparado. Aplicar el vacío hasta que toda el agua haya sido filtrada, recibiendo en un matraz Kitazato de 2 litros.

### 10.4. Extracción de las grasas

Con una pinza transferir a un cartucho de extracción el papel filtro. Limpiar las caras y el fondo del recipiente colector, la tapa, y el embudo Buchner con

pedazos de papel filtro remojado en el solvente que se va a usar, teniendo cuidado de transferir todas las capas de grasa formadas y de recoger todo el material sólido, agregando los pedazos de papel filtro dentro del cartucho de extracción, usando siempre las pinzas para evitar el contacto con las manos.

Medir el filtrado del kitazato con una probeta para cuantificar el volumen de muestra.

Colocar el cartucho en el aparato de extracción Soxhlet, con el matraz al cual previamente se le ha determinado su peso. Nunca marcar el cartucho.

Adicionar solvente al matraz hasta la mitad de su capacidad. Dejar el reflujo durante 4 horas a partir del primer ciclo de recirculación, controlando las condiciones de temperatura, hasta que se obtenga un ciclo cada 3 minutos aproximadamente. Una vez terminado el tiempo de reflujo vaciar y escurrir el solvente que queda en el extractor al matraz.

#### 10.5. Recuperación de la grasa

Evaporar el solvente en baño maría a 85°C y pasar el matraz a la estufa de vacío a una temperatura de 60°C durante 30 minutos.

Dejar enfriar el matraz en un desecador durante un periodo de 30 minutos y determinar su peso.

Correr una muestra testigo en las mismas condiciones que se mencionan para una muestra.

#### 10.6. Cálculos

La cantidad de grasas y aceites se calcula por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{mg/L de grasas y aceites} = \frac{(M_2 - M_1) \times 1000}{V}$$

donde:

$M_1$  = peso del matraz vacío (masa constante) en gramos

$M_2$  = peso del matraz con muestra, en gramos

$V$  = volumen de muestra en mililitros.

### 11. PRECISION

No se reporta en la metodología.



## 12. BIBLIOGRAFIA

- APHA-AWWA-WPCF.- Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales.-Método 5520.- 1ª Edición en español.- Ed. Díaz de Santos, S.A., Madrid, 1992.- Págs. 5-48 y 5-49, 5-52 a 5-54.
- NORMA OFICIAL MEXICANA.- "Aguas.- Determinación de grasas y aceites".- NOM-AA-5-1980.- Incisos 7 y 10.

FACULTAD DE INGENIERÍA  
REPORTE DE LA PRÁCTICA

Nombre de la práctica

Nombre del alumno: \_\_\_\_\_ Fecha \_\_\_\_\_  
Grupo: \_\_\_\_\_ Grado: \_\_\_\_\_ Equipo: \_\_\_\_\_

**RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y COMENTARIOS**

¿Alcanzaron los objetivos? Sí \_\_\_ No \_\_\_  
Comentarios \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_