# Métodos analíticos.

A continuación, se describen de forma breve las técnicas analíticas usadas (APHA, 1998).

Para el análisis de los procesos se han determinado cada uno de los factores que se indican a continuación. Dichos factores son los que se han considerado variables clave para el seguimiento y chequeo del proceso.

## Determinación del pH

La determinación electrométrica del pH se basa en la medida de la actividad de los iones de H+ por mediciones potenciométricas utilizando, un electrodo indicador de vidrio y tampones de pH 4 y 7.

Un pH elevado indica una baja concentración de iones H+, y por tanto un medio alcalino. Por el contrario, un pH bajo indica la acidificación del medio. Dado que los principales microorganismos involucrados en este proceso trabajan de forma óptima en un rango de pH de 7-8, éste debe mantenerse cercano a la neutralidad.

Se ha utilizado un pH-metro CRISON GLP 21+ que contiene una sonda portátil CRISON (5200T), el calibrado se realiza diariamente con dos tampones.

## Determinación de la conductividad eléctrica (CE)

La conductividad es una medida de la propiedad que poseen los iones presentes en disolución acuosa para producir corriente eléctrica. La conductividad que varía en función de la temperatura, está estrechamente ligada a la concentración de sustancias disueltas y a su naturaleza.

Las sales minerales (sustancias inorgánicas, ácidos, bases) son en general, buenas conductoras. Por el contrario, los compuestos orgánicos que no están disociados tienen escasa conductividad. La conductividad eléctrica de las aguas superficiales suele encontrarse en el intervalo entre 200 y 1.000 µS cm-1, mientras que las aguas subterráneas presentan valores algo mayores, ente 500 y 1.500 µS cm-1. El intervalo de conductividad para las aguas residuales urbanas oscila entre 1 y 4 mS cm-1.

La CE se determina utilizando un equipo multiparamétrico Eutech, modelo PCD 650, con sonda de cuatro células en vidrio-platino, que permite tomar medidas de la conductividad, resistividad, salinidad y sólidos disueltos totales.

Presenta una precisión de ± 0,08 mS cm-1.

Los resultados se expresan como mS cm-1.

La calibración de este electrodo se realiza diariamente con un patrón.

## Sólidos Totales (ST): Sólidos totales fijos (STF) y Sólidos totales Volátiles (STV). (APHA, 1998).

Es la característica física más importante del agua residual. El término engloba la materia en suspensión, la materia sedimentable, la materia coloidal y la materia disuelta. Es un parámetro bastante importante en el control de procesos físicos y biológicos.

El contenido en materia sólida del agua residual está formado por varias fracciones que engloban tanto los sólidos orgánicos como inorgánicos.

Con la medida de los sólidos totales fijos y volátiles, es posible determinar la cantidad de materia sólida inerte y la cantidad de materia orgánica o biomasa existente en la muestra.

Equipos necesarios: Balanza analítica, estufa y mufla

Material: Cápsula, espátula y pipeta aforada

Previamente, se debe preparar la cápsula donde se va a proceder al análisis de la muestra. Si en la medición se pretende analizar SV, se debe incinerar la capsula a 550 ± 50°C durante al menos 1 hora en una mufla. Si por lo contrario, solamente se pretende hacer el análisis de los ST, se debe calentar la cápsula a 103-105°C durante al menos 1 hora en una estufa. Después de preparar la cápsula, se debe conservar en un desecador y pesar inmediatamente antes de usar. Primero se realizan los sólidos totales y después de pesarlo, se llevan a la mufla y se obtienen así los volátiles.

Para realizar el análisis de los Sólidos totales se vierten 25 mililitros en una cápsula, la cual se ha pesado con antelación. Posteriormente, se introduce en la estufa durante 24 horas. Transcurridas las 24 horas, se debe dejar en el desecador hasta peso constante.

Para determinar los sólidos volátiles, la misma muestra con la que se han determinado los sólidos totales se introduce en la mufla a 550 °C durante 20 minutos. Se lleva la cápsula o crisol a desecador hasta peso contante.

$ST=\frac{(B-A)}{V\*1000}$ $SV=\frac{(B-C)}{V\*1000}$

Siendo:

ST: Sólidos totales (g.L-1).

SV: Sólidos volátiles (g.L-1).

A: Tara de la cápsula vacía (g).

B: Peso de cápsula + muestra tras 24 horas a 105 °C.

C: Peso de cápsula + muestra tras 20 minutos a 550 °C.

V: Volumen de muestra (L).

## Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) según la norma UNE 77004:2002.

La DQO representa la cantidad de oxigeno necesario para oxidar por vía química la totalidad de la materia orgánica. El requerimiento de oxigeno químico, se utiliza como una medida del equivalente de oxigeno del contenido de materia orgánica de una muestra susceptible de oxidación por un oxidante químico fuerte. Para las muestras de una fuente específica, la DQO puede relacionarse empíricamente con la Demanda Bioquímica de Oxigeno a los cinco días (DBO5). La prueba es útil para monitorizar y controlar después de haber establecido la correlación. Se prefiere el método del reflujo dicromato a los procedimientos que utilizan otros oxidantes debido a su mayor capacidad oxidante, a su aplicabilidad, a una mayor variedad de muestras y a su fácil manipulación. La oxidación de la mayoría de compuestos orgánicos es del 95 al 100 por 100 del valor teórico. La piridina y los compuestos relacionados con ella resisten a la oxidación, y los compuestos orgánicos volátiles solo son oxidados en la medida en que permanecen en contacto con el oxidante. El amoniaco, presente en la materia orgánica que contiene nitrógeno, o liberado desde ella, no es oxidado en ausencia de una concentración significativa de iones cloruro libres. El contenido en cloruros no debe superar los 1.000 mgL-1.

La DQO representa la cantidad de oxigeno necesario para oxidar por vía química la totalidad de la materia orgánica.

La DQO se determina titulométricamente por la oxidación con dicromato potásico, según el método de reflujo cerrado.

Se realiza la dilución de la muestra y se procede a tomar 5 mililitros, introduciéndolo en un tubo de ensayo, a continuación, se añaden 3 mL de disolución de digestión de dicromato potásico 0,066 N y 7 mL de reactivo ácido sulfúrico de plata (catalizador) de forma que se cree una capa de ácido debajo de la disolución de digestión de la muestra.

Se debe tener mucho cuidado ya que se produce una reacción fuertemente exotérmica, por lo que el tubo se calienta al añadir los reactivos.

Colocar los tubos en el termoreactor, previamente calentado, a 150 oC y mantener la digestión durante 2 horas.

Una vez transcurridas las dos horas, se enfría a temperatura ambiente. Una vez enfriadas las muestras, se procederá a su valoración y para ello, se abre el tubo, se añaden tres gotas de indicador de ferroína, un imán de agitación y se valora con una disolución sulfato de hierro y amonio (sal de Möhr, 0,025 N). El punto final de la valoración se observa con un marcado cambio de color de azul verdoso a marrón rojizo, aunque el azul verdoso puede volver a aparecer pasados unos minutos.

La disolución sal de Möhr debe ser estandarizada a diario frente a una disolución patrón de dicromato potásico de la siguiente forma: tomar 5 mL de agua destilada en un tubo de ensayo, añadiéndose los reactivos en las cantidades especificadas anteriormente.

El volumen obtenido en la valoración con la sal de Möhr se introduce en la siguiente fórmula para calcular el dato de DQO. Se expresan en mg de O2, necesarios para oxidar un litro de muestra (mgL-1).

$$DQO en mg O\_{2}=\frac{(\left(A-B\right)\*M\*8000\*Fd)}{mL muestra}$$

Donde,

A: Volumen de sal de Möhr utilizados para el Blanco

B: Volumen de sal de Möhr obtenido en la valoración de la muestra

M: La molaridad de la sal de Möhr

8000: La constante de equivalencia

mL de muestra: Volumen de muestra analizada.

Fd: Factor de dilución

## Determinación de Fósforo

Instrucciones para la evaluación de Fósforo con el pack Hach-Lange LCK 350 (2-20 mg/l PO4-P ortofosfatos y 6-60 mg/L PO4 fósforo total):

1) Quitar el cierre de seguridad del tapón del tubo

2) Desenroscar el tapón de la cubeta

3) Pipetear 0,4 mL de la muestra a analizar

4) Agitar y homogenizar.

6) Calentar en el termostato 30 min a 120 oC

7) Dejar enfriar y pipetear 0,5 mL de la solución B.

8) Poner el tapón Dosicap C gris en la cubeta, agitar y dejar en reposo 10 min

9) Evaluar en el espectrofotómetro DR3900 de Hach.

## Determinación de Nitrógeno:

Instrucciones para la evaluación de Nitrógeno con el pack Hach-Lange LCK 238 (5-40 mg/L TNb Nitrógeno total):

1) Dosificar en un tubo de reacción seco:

− 0,5 mL de nuestra muestra

− 2 mL de solución A

− 1 pastilla B

2) Llevar el tubo cerrado a un termobloque a 120 oC durante 30 min.

3) Enfriar a temperatura ambiente y agitar

4) Pipetear lentamente en la cubeta-test 0,5 mL de la muestra anterior pasada por digestión.

6) Pipetear lentamente 0,2 mL de la solución D y agitar.

7) Transcurridos 15 min realizar la evaluación en el espectrofotómetro DR3900 de Hach.