


Centro de Gestión Industrial 	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LODOS	Versión: 01 Fecha: Febrero de 2018
---	--	---------------------------------------

CÓDIGO ENSAYO CGI-CA-010- EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LODOS	
PROGRAMA	
NORMA DE COMPETENCIA	
RESULTADO DE APRENDIZAJE	

1. *Discusión general*

Los lodos son residuos generados de procesos de tratamiento de agua residual, en ese sentido es importante hacer su gestión mediante su caracterización y cuantificación.

La eliminación de estas sustancias se realiza por:

- Precipitación o sedimentación de las partículas de gran tamaño (>1micra) que se encuentran en suspensión.
- Proceso físico-químico coagulación-floculación de partículas de tamaño intermedio que se presentan en forma de coloides.
- Absorción de partículas de menor tamaño (milésima de micra) que se encuentran disueltas.

Todos estos procesos son de descripción sencilla pero hay que tener en cuenta que cuando nos manejamos con grandes cantidades de agua, a nivel industrial, hay que seleccionar y optimizar los parámetros adecuados para minimizar costes y esfuerzos.

En este sentido, el objetivo de la presente guía es remover los sólidos de una muestra de agua residual, para poder caracterizarlos de acuerdo a lo establecido en el Estándar Methods 2016. Para el análisis de los lodos es importante tener en cuenta que cuando una muestra es sometida a calentamiento o sequedad por un tiempo y temperatura específica obtenemos residuos de los sólidos disueltos o suspendidos (fijos) que se encontraban en esa muestra de agua.

Los sólidos totales son los residuos resultantes luego de la evaporación y secado de la muestra en una estufa a 103-105°C. Los sólidos totales incluyen volátiles y fijos. Los sólidos fijos son los residuos resultantes luego de calcinar la muestra a 550±50 °C. Los sólidos volátiles corresponden a los compuestos perdidos durante la calcinación a 550±50°C, estos incluyen tanto materia orgánica como inorgánica; al igual que en los sólidos fijos. Se determinan por diferencia de peso entre sólidos totales y fijos.

Está validado para el intervalo de 4,5 a 20000 mg/L. Es un método gravimétrico que se basa

en la retención de las partículas sólidas en un filtro de papel a través del cual se hace pasar una muestra homogénea; el residuo que queda retenido se seca a 103-105°C. El incremento en el peso del filtro representa la cantidad de sólidos suspendidos totales. Esta determinación es útil en el control de plantas de tratamiento de aguas residuales porque ofrece un cálculo aproximado de la cantidad de materia orgánica presente en la parte sólida de una muestra de agua residual, efluentes industriales y domésticos.

Nota: La práctica total puede demorar 10 horas, por lo que se recomienda realizarla en dos sesiones de formación o más.

- ***4 Horas para la extracción del lodo.***
- ***6 Horas para la caracterización del lodo. (Nota: Este tiempo puede variar dependiendo del número de grupos de la ficha)***

2. Interferencias

- Heterogeneidad de la muestra que contiene una o más de dos fases puede provocar errores durante el muestreo en campo y en la toma de alícuotas de la misma para la determinación de sólidos. debe asegurarse siempre homogeneidad durante la transferencia y asegurar siempre integridad de la muestra en estos procesos. Se recomienda homogeneizar la muestra en lo posible antes de tomar la alícuota.
- Si parte de los sólidos de la muestra se adhieren a las paredes de los contenedores, ya sea en el material de muestreo o en los utensilios de trabajo, considerar lo anterior en la evaluación y en el reporte de resultados.
- La temperatura y el tiempo en el cual el residuo se seca, tiene un efecto muy importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en el peso de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o el desprendimiento de gases por descomposición química y/o por la oxidación del residuo.
- El tipo de filtro, el tamaño del poro, el grosor del filtro, el tamaño de la partícula y la cantidad de material depositado en el filtro son los principales factores que afectan la separación de los sólidos suspendidos y las sales disueltas.

3. Materiales

3.1. Materiales para extracción del lodo.

- 6 Beaker de 800 mL (Por grupo proyecto o según necesidades)
- 6 beaker de 100 mL (Por grupo proyecto)
- 2 pipetas graduadas de 10 mL. (Por grupo proyecto)
- 2 Pipeteadores. (por grupo proyecto)
- 1 agitador de vidrio. (por grupo proyecto)
- 1 Frasco Shot de 250 mL. (por grupo proyecto)
- 1 Frasco Lavador (por grupo proyecto)

3.2. Materiales para caracterización del lodo.

- 3 Cápsulas de porcelana de 90 mm de diámetro (Por grupo proyecto).
- 1 Desecador provisto de un desecante .
- 2 Pipetas Pasteur (Por grupo Proyecto)
- 1 Pinzas para crisol. (Por grupo proyecto)
- 2 Microespátulas. (Por grupo proyecto)
- Guantes para protección al calor.
- 1 Picnómetro de 25 mL. (Por grupo proyecto)
- 1 Frasco Lavador (por grupo proyecto)
- 1 jarra plástica de 1 L (Por grupo proyecto)
- 1 Pipeta de 10 mL (Por grupo proyecto)
- 1 Pipeteador (Por grupo proyecto)
- 1 Agitador de Vidrio. (Por grupo proyecto)

4. Equipos

4.1. Equipos para extracción de lodos.

- Multiparámetro con sonda de pH.
- Cabina de extracción.
- Test de jarras de 6 puestos.
- Nevera con temperatura a 4°C

4.2. Equipos para caracterización de lodos.

- Bomba de vacío.
- Punto de aire.
- Estufa eléctrica, para operar de 103°C a 105°C
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg
- Mufla eléctrica para operar a 500°C ± 50°C
- Plancha de calentamiento con agitación.
- pH metro marca HQ40 con sonda de pH

5. Muestreo, muestra y preservación de la muestra

Se recomienda preparar una muestra de agua residual de mínimo 3,6 L por grupo proyecto. El agua debe contener las características del agua residual de acuerdo al proceso productivo del proyecto. Dicha agua debe venir rotulada y en recipientes con tapa rosca, se debe establecer las características de peligrosidad de la muestra.

Para el muestreo del agua es importante tener en cuenta lo estipulado en la NTC 5667, adicional tener presente que durante la toma de la muestra, eliminar el material grueso o partículas flotantes no homogéneas, que puedan interferir en el resultado final, usar frascos de plástico o de vidrio resistentes en los que el material en suspensión no se adhiera a las

paredes del recipiente.

Realizar el análisis tan pronto como sea posible. Refrigerar la muestra a 4°C para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Antes de iniciar el análisis, se deben llevar las muestras a temperatura ambiente y homogeneizarlas agitándose fuertemente.

6. Elementos de Protección Personal (EPP)

Para la realización de esta práctica es necesario el uso de los siguientes EPP y dispositivos de seguridad:

- Bata blanca.
- Cofia.
- Guantes de nitrilo, gruesos y delgados.
- Gafas de protección.
- Guantes de carnaza.

7. Condiciones de seguridad

Debe tener especial precaución de manejar elementos que están calientes.

8. Reactivos.

8.1. Reactivos para extracción de lodo.

- (Seleccionar la que se desee para el análisis) Solución Coagulante de Sulfato de aluminio 1 % p/v disolver 1 g de sulfato de aluminio en 100 mL de agua destilada, mezclar y almacenar en botella de plástico o Solución Coagulante de Cloruro férrico 1 % p/v disolver 1 g de cloruro férrico en 100 mL de agua destilada, mezclar y almacenar en botella de plástico, o Solución Coagulante de Policloruro de Aluminio PAC 1 % p/v disolver 1 g de PAC en 100 mL de agua destilada, mezclar y almacenar en botella de plástico. Nota: Si el tratamiento utiliza otro coagulante, por favor indicar el coagulante requerido al técnico del laboratorio.
- NaOH 1.0 M 100 mL.
- HCl 1.0 M 100 mL.
- Buffer de calibración de pH (4, 7 y 10).
- Agua destilada tipo II. 1L

8.2. Reactivos para caracterización de lodos.

- Agua destilada tipo II. 1L

9. Procedimientos

9.1 Procedimiento de extracción de lodos. (4 horas)

- Agregue 600 mL la muestra de agua residual a los vasos de precipitado de 800 mL.

- Tomar la muestra de la parte superior de las jarras sin perturbar la solución, para las determinaciones necesarias de pH (iniciales).
- Determine el pH y de acuerdo a instructivos del equipo.
- Asegure que el pH está entre 6 y 7, de lo contrario ajustar con NaOH 0,1 M o HCl 0,1 M según sea el caso. (Este paso puede variar de acuerdo a la ficha técnica del coagulante a utilizar.
- Determine la adición del coagulante según tipo de agua residual, ensayos anteriores o recomendaciones bibliográficas.
- Añadir dosis progresivas de coagulante. La adición debe hacerse dentro del líquido y cerca de las paletas, en forma rápida y simultánea para las 6 muestras. El proceso de mezcla rápida debe hacerse durante 60 segundos a 100 rpm.
- Luego de ese tiempo, disminuir la velocidad de rotación de las paletas a 40 rpm, y dejar 20 minutos.
- Observar el tamaño del floculo producido y evaluar cualitativamente según sus características y tiempo inicial de formación del floculo. No siempre el floculo que se forme más rápido es el mejor o el de mayor velocidad de sedimentación.
- Suspender la agitación y extraer las paletas. Dejar sedimentar por 10 minutos.
- Tomar la muestra de la parte superior de las jarras sin perturbar la solución, para las determinaciones necesarias de pH.
- Retire el agua sobrenadante y libre de sólidos, teniendo cuidado de no agitar la muestra. Suspenda este procedimiento hasta que el nivel del agua alcance el nivel del lodo.
- Disponga el agua sobrenadante de acuerdo a las características CRETIIIR.
- Lleve a frasco shot la muestra de lodo residual de cada uno de los vasos, hasta alcanzar un volumen de 250 mL.
- En caso de no hacer el análisis de la muestra de lodo el mismo día, lleve el frasco con muestra de lodo a nevera y preserve a 4°C. Nota: Dichos frascos deben rotularse de acuerdo a las normas técnicas del laboratorio y no almacene la muestra por más de una semana.

9.2 Procedimiento de caracterización del lodo. (6 horas)

Preparación de cápsulas:

- Lavar las capsulas.
- Precalentar la mufla a 550°C, la mufla demora en alcanzar la temperatura óptima por 10 minutos.
- Colocar las cápsulas en la mufla a 550°C durante 15 min
- Enfriar en desecador durante 10 min.
- Pesar las cápsulas (P1)

9.2.1. Determinación del % de Humedad.

El método tradicional de determinación de la humedad del lodo en laboratorio, es por medio del secado a horno, donde la humedad del lodo se expresa en porcentaje entre el peso del agua existente y el peso de las partículas sólidas:

$$w = ((m-d)/m) * 100 (\%) \quad \text{(Ecu. 1)}$$

Dónde:

	Versión 02		Página 5 de 8
--	------------	--	---------------

w = contenido de humedad expresado en %
 m = masa del suelo húmedo antes del secado.
 d = masa del suelo luego del secado.

Procedimiento:

1. Con microespátula o pipeta pasteur coloque la muestra de 2 g de suelo en un capsula de porcelana previamente tarada y e identificada.
2. Proceda a pesar la cápsula con la muestra de lodo (m).
3. Precaliente el horno a 110°C.
4. Luego coloque la cápsula dentro del horno a 1 hora a una temperatura de 110°C. Transcurrido dicho tiempo, deje seca la muestra en desecador y pésela nuevamente (d).
5. Realice los cálculos con la ecuación planteada N 1.

9.3 Determinación de la Densidad Real (p_s).

1. Con microespátula o pipeta pasteur coloque la muestra de 10 g de lodo en un capsula de porcelana previamente tarada y e identificada.
2. Precaliente el horno a 110°C.
3. Luego coloque la cápsula dentro del horno a 1 hora a una temperatura de 110°C. Transcurrido dicho tiempo, deje seca la muestra en desecador y pésela nuevamente.
4. Pese el picnómetro completamente seco (M_{pv}).
5. Agregue aproximadamente 1 g de lodo seco. En caso de no contar 1 g, agregue la cantidad de lodo disponible y realice los ajustes pertinentes en los cálculos.
6. Pese el picnómetro más el lodo seco (M_{pss})
7. Agregue la cantidad de agua necesaria al picnómetro hasta completar 1/3 de su volumen (El agua utilizada debe ser destilada para eliminar el aire que se encuentra en el suelo)
8. Lleve el picnómetro destapado hasta la campana de vacío o acrílico y aplique vacío durante 1 hora para eliminar las burbujas de aire.
9. Retire el picnómetro de la campana de vacío y agregue agua hasta completar 2/3 del volumen del picnómetro.
10. Llévelo nuevamente al vacío durante una hora.
11. Saque el picnómetro de la campana, llénelo con agua destilada hasta el nivel biselado, tápelo y péselo (M_{pssw})
12. Vacíe su contenido, lávelo y llénelo con agua destilada o hervida.
13. Tápelo y péselo (M_{pw})
14. Realice los cálculos a partir de la siguiente relación.

$$p_s = (M_{pss} - M_{pv}) * p_w \div (M_{pw} - M_{pv}) - (M_{pssw} - M_{pss}) \quad (\text{Ecu. 2})$$

Dónde:

1. p_s es la densidad de las partículas (g/cm^3),
2. M_{pss} es la masa del picnómetro más lodo seco a 105 – 110°C (g);
3. M_{pv} es la masa del picnómetro vacío y seco (g);

4. M_{pw} es la masa del picnómetro más agua (g);
5. M_{pssw} es la masa del picnómetro más el agua y el lodo (g) y
6. p_w es la densidad del agua g/cm^3 .

9.4. Determinación de sólidos volátiles.

1. Pese la cápsula seca (g). (c)
2. Con microespátula o pipeta pasteur coloque la muestra de 2 g de lodo en un capsula de porcelana previamente tarada y e identificada.
3. Precaliente el horno a 110°C.
4. Luego coloque la cápsula dentro del horno a 1 hora a una temperatura de 110°C. Transcurrido dicho tiempo, deje seca la muestra en desecador y pésela nuevamente.
5. Pese la capsula más muestra de lodo seco (g). (a)
6. Ingrese la muestra en mufla y aumente la temperatura gradualmente hasta alcanzar los 550°C.
7. Mantener una temperatura de 550°C durante 2 horas y luego lentamente disminuirla hasta menos de 200°C.
8. Dejar enfriar la muestra y pesar en balanza analítica (g). (b)
9. Calcular los sólidos volátiles, expresados en porcentaje en base a la muestra tal como se recibió, según:

$$\text{Sólidos volátiles (\%)} = x = \frac{((a)-(b))}{(a)} * 100 \quad (\text{Ecu. 3})$$

Dónde:

a = peso de la muestra de lodo antes de la calcinación (g) sin el peso de la cápsula.

b = peso de la muestra de lodo después de la calcinación (g) sin el peso de la cápsula.

Nota: Los sólidos remanentes corresponden a los sólidos fijos, mientras que la pérdida de masa a los sólidos volátiles.

9.5. Determinación de pH.

Procedimiento:

1. Pesar en un recipiente 2 g de lodo Seco.
2. Agregar 50 mL de agua destilada a una temperatura entre 20°C y 25°C.
3. Agitar vigorosamente la suspensión durante 5 min usando el agitador magnético y dejar reposar al menos 1 h.
4. Calibrar el medidor de pH siguiendo las instrucciones del fabricante y usando dos soluciones tampones, la de pH 7,00 y una de las siguientes: pH 4,00 o pH 9,22, dependiendo del rango de pH de las muestras.
5. Medir la temperatura de la suspensión.
6. Introducir el electrodo del pH- metro.
7. Leer el pH una vez estabilizada la lectura y anotar el valor con dos decimales, lavar el electrodo con agua destilada y volver a hacer la medición. Repetir este procedimiento 10 veces.

10. Documentos de referencia

- 1- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 18th Edition. Washington DC, APHA, AWWA, WWCF, 1992. pp 5-6, 5-10.
- 2- HACH Technical center for Applied Analytical Chemistry. Introduction to Chemical Oxygen Demand. Booklet N° 8. Hach Company, U.S.A.
- 3- Secretaria de economía. Análisis de agua - determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - método de prueba. Mexico D.F. NMX-AA-034-SCFI-2001. pp 8-11
- 4- Universidad de la guajira. Protocolo para la determinación de solidos fijos y volátiles a 550°C. REV 02/02/2016. Riohacha, SIGUG,2013. pp 3,4.

CONTROL DE DOCUMENTO

	Nombre	Cargo	Dependencia	Fecha
Elaboración	Javier santana	Instructor de control ambiental		
	Sharon Nicole Galeano.	Técnico de laboratorio		
Revisión				
Aprobación				

CONTROL DE CAMBIOS

Versión No.	Fecha de aprobación	Descripción del cambio	Solicitó