



S.E.P.

S.E.I.T.

D.G.I.T.

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE MINATITLÁN

**ESTUDIO A NIVEL PILOTO DE UN
SISTEMA DE LODOS ACTIVADOS EN
PETROQUIMICA MORELOS, S. A DE C. V.**

Informe profesional
que para obtener el título de:

**Especialista en
Ingeniería Ambiental**

P R E S E N T A :

Hypatya Matus Aguilar

sep

Minatitlán, Ver.

Octubre, 2003.

Estudio a Nivel Piloto de un Sistema de Lodos Activados	
en Petroquímica Morelos, S. A. de C. V.	
Índice	
Introducción	1
Capítulo 1 Revisión Bibliográfica.	
1.1. Aguas Residuales.	5
1.1.1. Definición.	5
1.1.2. Caracterización del agua residual.	5
1.1.3. Principales contaminantes.	6
1.1.4. Parámetros básicos de análisis para aguas residuales.	7
1.1.5. Métodos de tratamiento de aguas residuales.	12
1.1.5.1. Procesos unitarios.	12
1.1.5.2. Operaciones unitarias.	12
1.2. Aplicación de los procesos biológicos para el tratamiento de efluentes industriales.	14
1.3. Sistema de lodos activados.	15
1.3.1. Generalidades.	15
1.3.2. El proceso de lodos activados.	18
1.3.3. Microbiología del proceso.	19
1.3.4. Criterios de diseño y evaluación de operación.	22
1.4. Descripción de la planta de tratamiento de Petroquímica Morelos, S. A. de C. V.	25
1.5. Pruebas de laboratorio para determinar la eficiencia en plantas de tratamiento.	27

Capítulo 2 Desarrollo Experimental.	
2.1. Montaje del Reactor Piloto de Lodos Activados	29
2.2. Desarrollo experimental.	32
2.3. Metodología de análisis.	34
Capítulo 3 Análisis de Resultados.	
3.1. Resultados experimentales.	36
Conclusiones y Recomendaciones.	45
Bibliografía.	49
Anexos	
Apéndice I. Tablas de datos obtenidos	52
Apéndice II. Técnicas de muestreo	55

Introducción

El agua es un compuesto esencial e irremplazable, que sustenta todas las formas de vida; aún los organismos de gran simplicidad pueden existir sin aire, pero ningún organismo vivo puede desarrollarse sin agua.

El agua es un recurso escaso, valioso y muy vulnerable, que el hombre malgasta en la mayoría de los casos. Sin embargo a medida que va creciendo la población y la actividad industrial, las descargas vertidas y el volumen de aguas residuales a los ríos, el mar u otro cuerpo de agua va en aumento; excediendo así la capacidad de autodepuración de las corrientes de agua y cambiando sus características naturales.

La presencia de los compuestos químicos presentes en el agua residual industrial ocasiona un fuerte impacto ambiental sobre los cuerpos de agua, causando un deterioro general, exterminando u obligando a emigrar a especies superiores, creando condiciones ofensivas a la vista y el olfato, transmitiendo enfermedades e imposibilitando su uso. Por estas razones, el tratamiento del agua residual no solamente es deseable sino necesario.

Los sistemas de tratamiento de aguas residuales son por esencia, la herramienta fundamental dentro de las acciones para controlar la contaminación del agua. A través de ellos se mejora la calidad de las aguas residuales propiciando la posibilidad de su reuso y se protege la vida acuática de los cuerpos receptores y la salud pública. La finalidad de un tratamiento apropiado es prevenir la contaminación en los cuerpos receptores.

Las corrientes de desecho que genera, Petroquímica Morelos S.A. de C.V., dentro de sus procesos de producción contiene una concentración alta de compuestos orgánicos volátiles, debido a que utiliza como insumos y materias primas sustancias químicas como solventes, etc. Estas corrientes son recolectadas en la Unidad de Tratamiento de Efluentes para su tratamiento.

Los compuestos orgánicos volátiles (COV's) son considerados contaminantes debido a su toxicidad y a los malos olores que producen. Por tal motivo la Unidad de Tratamiento de Efluentes de dicha Petroquímica requiere de pruebas de biodegradabilidad de estas corrientes ya que al llegar al proceso secundario de esta planta ocasionan problemas al proceso y desprenden emisiones a la atmósfera afectando el entorno laboral.

El objetivo del presente trabajo es caracterizar mediante pruebas de laboratorio, el proceso de biodegradación de las aguas residuales de Petroquímica Morelos, S.A. de C.V. mediante un estudio a nivel piloto de un Sistema de Lodos Activados, el cual tendrá las mismas condiciones de operación de la Unidad de Tratamiento de Efluentes.

El trabajo experimental tiene como propósito demostrar a través de la caracterización de un Sistema Piloto de Lodos Activados, si es posible la remoción de contaminantes de las corrientes de descarga de las plantas de Petroquímica Morelos, S. A. de C. V. Los resultados obtenidos serán utilizados para la realización de un proyecto para minimizar los compuestos orgánicos volátiles emitidos a la atmósfera.

El presente trabajo esta estructurado de la siguiente manera:

Capítulo 1; en el cual se definen los términos técnicos, así como los parámetros básicos de control y análisis de las aguas residuales, operaciones generales de estos tratamientos, en qué consiste el procesos de lodos activados, microbiología de este proceso, y así como una breve descripción de la Unidad de Tratamiento de Efluentes de Petroquímica Morelos.

Capítulo 2; donde se muestra el sistema Piloto de Lodos Activados, el equipo utilizado para el desarrollo de este trabajo y se describe la metodología experimental utilizada.

Capítulo 3; aquí se presentan los resultados obtenidos mediante gráficos donde se puede observar el comportamiento del Sistema Piloto de Lodos Activados, mencionando causas de las variaciones que se presentaron durante el período de ejecución del proyecto.

Conclusiones y Recomendaciones; en el cual se plasman los resultados obtenidos así como las observaciones y experiencias obtenidas durante el proyecto los cuales permitirán hacer predicciones del comportamiento Macro del Sistema Piloto de Lodos Activados en la Unidad de Tratamiento de Efluentes de Petroquímica Morelos.

Anexos; que comprende de: Apéndice I; donde se muestran las tablas con los datos obtenidos durante el período de ejecución del proyecto, y Apéndice II; en donde se describen las técnicas de análisis y muestreo utilizadas en el proyecto.

CAPITULO 1

Revisión Bibliográfica

1.1. Aguas Residuales.

1.1.1. Definición.

La NOM-AA-03-1980, aplicable a la fecha define a las Aguas Residuales como: *"Aquella agua de composición variada proveniente de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, actividades pecuarias o de cualquier otra índole, ya sea pública o privada y que por tal motivo haya sufrido degradación en su calidad original"*.

1.1.2. Caracterización del Agua Residual.

Para un adecuado manejo y disposición de las aguas residuales, es necesario conocer, de la manera más certera posible sus características. Esta operación se conoce como *caracterización el agua residual*; en ésta se determinan los elementos físicos, químicos y biológicos presentes. De frente al diseño es tarea indispensable conocer los aspectos mencionados, además de los caudales, el control en origen, recolección, transmisión y bombeo.

La caracterización física, química y biológica de las aguas residuales es el punto de partida en cualquier propuesta de tratamiento, cuanto más exacta sea esta caracterización, se tendrán mejores resultados en el tratamiento. Los dos aspectos principales en la caracterización del agua residual para su tratamiento son: el flujo volumétrico, y la concentración de contaminantes, cuyo producto resulta en la carga másica (kg/día) que recibirá el sistema de tratamiento.

La concentración de flujo volumétrico se lleva a cabo mediante los métodos convencionales de aforo ya sea en canales o conductos cerrados. En cuanto a las concentraciones de los diferentes contaminantes, por lo general se recurre a un método gravimétrico en el caso del material suspendido y el material disuelto. Por normatividad es necesario recurrir a procedimientos establecidos en la reglamentación de la serie NOM-AA.

1.1.3. Principales Contaminantes.

Después de ser descargadas las aguas residuales a un cuerpo receptor, los desechos pierden su identidad y se obtienen mezclas heterogéneas de contaminantes, aunque es posible clasificar la contaminación de acuerdo a su origen, es muy raro encontrar un caso que corresponda exclusivamente a una sola categoría en particular.

Contaminantes Orgánicos.- Todos ellos en general constituidos por carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno, azufre y fósforo; son susceptibles de ser biodegradados por poblaciones heterogéneas de microorganismos. (Winkler, 1996)

Contaminantes Inorgánicos.- Son sustancias inertes, no sujetas a la degradación, pueden estar en suspensión, disueltos o como coloides. Estos materiales son: grava, arena, sales minerales (cloruros, sulfatos, silicatos, óxidos metálicos), metales pesados (cromo, plata, mercurio, plomo, níquel, etc.), gases disueltos (bióxido de carbono, nitrógeno, ácido sulfhídrico, oxígeno). Las concentraciones de las sustancias inorgánicas en el agua aumentan por la formación geológica al disolver parte de las rocas y por el proceso natural de la evaporación. (Metcalf & Eddy, 1996).

Contaminantes Biológicos.- En la mayoría de las aguas residuales, se encuentran una amplia variedad de microorganismos; la mayoría son organismos vivos libres unicelulares.

Contaminación Térmica.- Es debida a descargas de agua caliente de fuentes domésticas, comerciales e industriales, como Plantas Generadoras de Energía.

De acuerdo a Metcalf & Eddy (1996) los contaminantes de mayor importancia en el agua residual son:

Sólidos en suspensión.- Pueden dar lugar al desarrollo de depósitos de fango y de condiciones anaerobias, cuando se vierte agua sin tratar al entorno acuático.

Materia orgánica biodegradable.- Generalmente medida en función de la DBO₅ y de la DQO, constituida mayormente por proteínas, carbohidratos y grasas animales. Su estabilización biológica en el entorno puede llevar al agotamiento de oxígeno y a condiciones sépticas.

Patógenos. - Pueden llegar a transmitir enfermedades a través del agua.

Nutrientes. - Tanto el N como el P, así como el C resultan esenciales para el crecimiento. Pueden beneficiar el desarrollo de vida acuática no deseada, incluso llegan a contaminar las aguas subterráneas.

Contaminantes prioritarios. - Determinados con base en su carcinogenicidad, mutagenicidad, teratogenicidad o toxicidad aguda o conocida.

Materia orgánica refractaria. - Tiende a resistir los métodos convencionales de tratamiento. Por ejemplo. Agentes tensoactivos, fenoles y pesticidas agrícolas.

Metales pesados. - Añadidos al agua en algunas actividades comerciales e industriales, algunos tienen efectos cancerígenos y/o tóxicos en los seres vivos.

Sólidos inorgánicos disueltos. - Como el Ca, Na y sulfatos, es deseable eliminarlos, sobretodo si se desea reutilizar el agua.

1.1.4. Parámetros básicos de análisis para Aguas Residuales.

Demanda Bioquímica de Oxígeno (NMX-AA-28-1981). - Sin duda el parámetro más utilizado para determinar la contaminación orgánica, aplicado tanto a aguas residuales como superficiales. Esta prueba mide el carbón orgánico (compuestos orgánicos) presente en la muestra, susceptible de biodegradarse.

La DBO es una medida del oxígeno disuelto requerido por los microorganismos en un intervalo de tiempo definido. La medida de la DBO es importante en el tratamiento de aguas residuales, ya que cuando existe una elevada cantidad de materia orgánica, mayor será la necesidad o demanda de oxígeno para su estabilización.

Para la determinación de la DBO se emplea un procedimiento con microorganismos que consiste en medir el oxígeno consumido por éstos (principalmente bacterias) al utilizar como alimento la materia orgánica presente en el agua, bajo condiciones aeróbicas y favorables en cuanto a nutrientes (fósforo y nitrógeno) así como de temperatura. En las

reacciones bioquímicas de la DBO, se producen nuevos microorganismos, dióxido de carbono, agua y residuos no biodegradables.

La cantidad de oxígeno utilizado por unidad de volumen, puede usarse como medida relativa a la concentración de materia orgánica. Ya que esta cantidad de oxígeno está en función del grado de desarrollo de la reacción bioquímica, así como de la cantidad original de materia orgánica presente, también la DBO está en función del tiempo, temperatura y población de microorganismos, principalmente.

La determinación analítica consiste en poner en contacto la muestra de agua y un inocuo (semilla bacteriana), y medir la cantidad de oxígeno consumido por los microorganismos al oxidar (degradar) la materia orgánica presente, en un lapso de 5 días, a una temperatura de 20°C. Generalmente la DBO se reporta en miligramos por litro (mg/l). La determinación de la DBO permite conocer las cargas residuales en las instalaciones de tratamiento y evaluar la eficacia de la extracción de la DBO de los mismos sistemas de tratamiento.

Demanda Química de Oxígeno (NMX-AA-30-1981).- La DQO es otro de los parámetros que se utilizan para determinar el nivel de contaminación de las aguas residuales. En esta prueba se mide el contenido de la materia orgánica oxidable en el agua residual, por medio de un agente altamente oxidante, bajo ciertas condiciones de acidez, temperatura y tiempo, transformando la materia orgánica en bióxido de carbono y agua, y midiendo el gasto de oxígeno resultante.

Debido a que se emplea un agente oxidante los valores de la DQO son más altos que los de la DBO, ya que la prueba de la DBO determina solo la cantidad de material orgánico biodegradable por los microorganismos y la DQO representa la oxidación completa de material orgánico e inorgánico. Generalmente, los valores de la DQO son de 2 a 5 veces más grandes que los valores de DBO₅.

La mayor ventaja de la DQO es la rapidez de su evaluación ya que su determinación puede hacerse en solo tres horas, contra cinco de la DBO. Por esta razón se usa la DQO como un sustituto de la DBO en muchos casos. La DQO se reporta en mg/l.

Oxígeno Disuelto (NMX-AA-012).- El oxígeno disuelto representa la cantidad de oxígeno contenido en un líquido. La solubilidad del oxígeno en aguas frescas, sin contaminación, es de 14.6 mg/l a 0°C y de 7 mg/l a 35°C ambas a una atmósfera de presión. La solubilidad del oxígeno disminuye a medida que la temperatura se incrementa.

En las aguas residuales el oxígeno es un factor que determina el tipo de transformaciones biológicas que tienen lugar en ellas, efectuadas por microorganismos. La presencia del oxígeno disuelto en las aguas de desechos es importante ya que previene o reduce el inicio de la putrefacción y la producción de malos olores. Esto se debe principalmente a que los microorganismos aerobios utilizan el oxígeno disuelto para oxidar la materia orgánica presente en el agua residual produciendo sustancias finales inofensivas como CO₂ y agua, en cambio al no haber oxígeno en el agua los microorganismos anaerobios realizan la oxidación utilizando el oxígeno que forma parte de la materia contenida en el agua para producir sustancias que producen mal olor como metano y ácido sulfhídrico. Por lo tanto el OD es uno de los parámetros más importantes para el buen funcionamiento de los biorreactores y su valor debe de estar entre 1.0 y 2.0 mg/l.

pH (NMX-AA-08-1980).- Es el término usado universalmente para expresar la intensidad de las condiciones ácidas o alcalinas de una solución. El ámbito de la escala de pH es de 1 a 14; un pH de 1 a 7 es ácido y de 7 a 14 es alcalino. El pH 7 está definido como punto neutro. Esta determinación es de suma importancia dado que se utilizan tratamientos biológicos con microorganismos.

El pH puede medirse colorimétricamente o electromecánicamente. Para la primera forma se utiliza papel tornasol o indicador de pH que se sumerge directamente en el agua residual, y se compara con la escala de colores para obtener su valor. Este método es fácil, rápido y barato pero se obtienen valores aproximados, debido a que se presentan interferencias. En el electromecánico se utiliza un potenciómetro de uno o dos electrodos (un electrodo de vidrio y uno de referencia, la diferencia de potencial entre los dos electrodos varía en función de la razón de concentraciones del ión hidrógeno).

Temperatura (NMX-AA-7-1980).- La temperatura es una manifestación de la energía cinética molecular de una sustancia dada. Dicho de otra forma, el término temperatura se utiliza para indicar el grado relativo de calentamiento o enfriamiento. Este parámetro es importante debido a su influencia en la solubilidad del oxígeno en el agua, con la consecuencia directa sobre la vida acuática presente. En el influente al tren de tratamiento, la temperatura puede llegar a inhibir el desarrollo bacteriano en los procesos biológicos; además las temperaturas elevadas pueden originar proliferación de plantas acuáticas indeseadas y hongos. Por ello es importante su determinación en el agua residual que entra a una planta de tratamiento.

Grasas y Aceites (NMX-AA-05-1980).- Su determinación se hace a través de una extracción con algún solvente adecuado. Su descomposición bacteriana es difícil, su eliminación es primordial dado que entorpecen la transferencia de oxígeno al agua, incidiendo en la mortalidad de las especies acuáticas.

Sólidos (NMX-AA-34-1981, NMX-AA-20-1980, NMX-AA-39-1980).- Los sólidos totales son útiles para conocer la materia orgánica e inorgánica disuelta e insoluble que se encuentra en líquidos y que pueden sedimentarse para formar depósitos putrefactos, se obtienen como residuo después de someter el agua un proceso de evaporación entre 103 y 105 °C. Los sólidos sedimentables se definen como aquellos que se depositan en el fondo de un cono Imhoff en el transcurso de 60 minutos, esta medida proporciona una aproximación del fango obtenido en una sedimentación primaria. Los sólidos totales pueden dividirse en filtrables o no, generalmente se utiliza un filtro de 0.45 micras; a su vez, cada porción de los sólidos (suspendidos y disueltos) pueden dividirse con base en su volatilidad a 550 ± 50 °C, en sólidos fijos y sólidos volátiles, asociándose la masa volátil con el contenido orgánico y la masa fija con el contenido mineral.

Los sólidos suspendidos totales son de importancia en el control de la operación de una planta de tratamiento ya que incluyen sustancias solubles. Con este parámetro se evalúa el nivel de contaminación de las aguas residuales a tratar y la eficiencia del tratamiento; también se utiliza para estimar los efectos de la contaminación en las corrientes receptoras. Con los sólidos contenidos en el licor mezclado de los lodos activados se determina el índice volumétrico de lodos. Este índice es una parte importante para el control

del proceso de lodos activados. Las determinaciones de los sólidos suspendidos se reportan en unidades de mg/l.

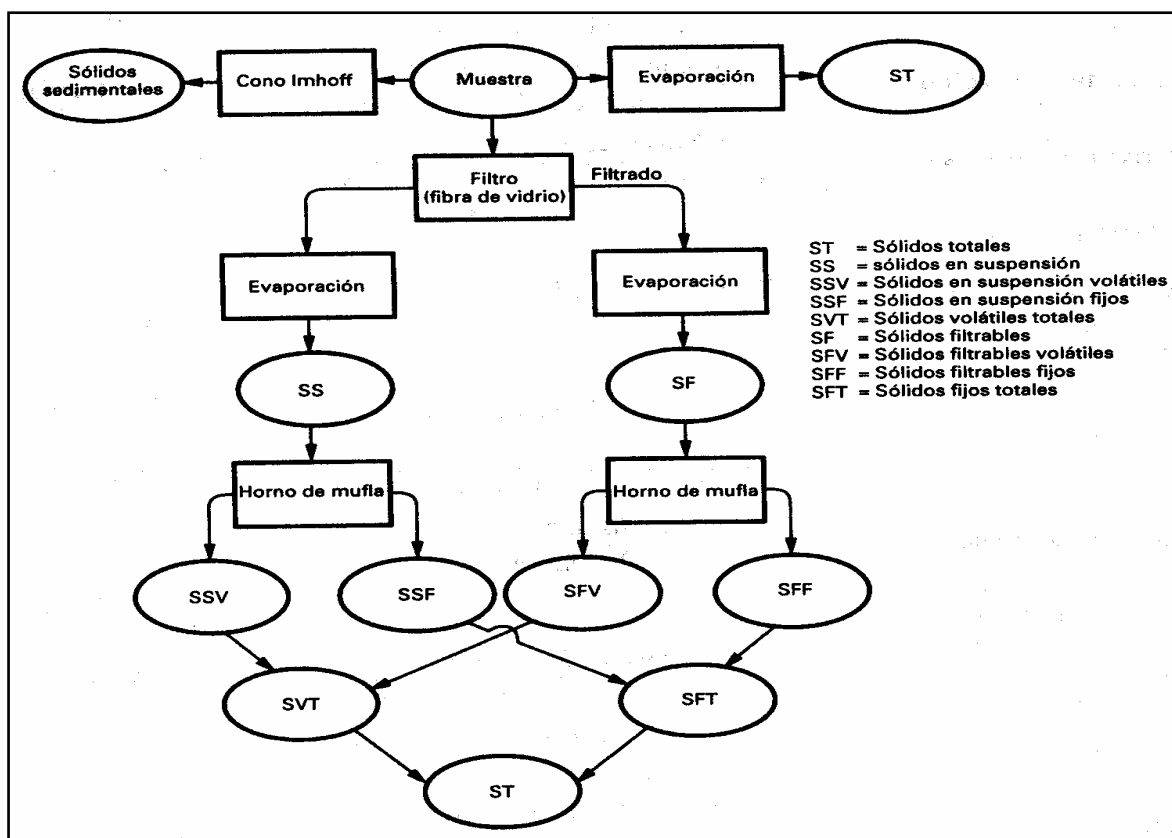


Figura 1.1. Clasificación de los sólidos en el agua residual.

Nitrógeno Total (NMX-AA-26-1980).- En las aguas residuales, el nitrógeno está en cuatro formas básicas: nitrógeno orgánico, amonio, nitrito y nitrato. El nitrógeno total es la suma del nitrógeno orgánico, amonio, nitrito y nitrato. El nitrógeno es un elemento indispensable para el crecimiento bacteriano y por ende para el tratamiento biológico, antes del vertido es necesario eliminarlo del efluente tratado para no favorecer el crecimiento de organismos indeseados en los cuerpos receptores. La determinación del contenido de nitrógeno se efectúa para varios componentes, a saber: amoniacal, nitratos y nitritos y N_2 .

Fósforo Total (NMX-AA-029-1981).- Otro componente del agua residual importante para los microorganismos es el fósforo. El fósforo, como el nitrógeno, es un elemento esencial para el crecimiento biológico. En el agua residual, el fósforo se encuentra en 3 formas: ortofosfatos solubles, polifosfatos inorgánicos y fosfatos orgánicos.

1.1.5. Métodos de Tratamiento de Aguas Residuales.

La composición específica de las descargas, punto de vertido de las aguas tratadas, la disponibilidad de terreno en las inmediaciones de la empresa, la distancia a núcleos urbanos, la recuperación y reutilización de esta agua en el riego de cultivos agrícolas, la legislación sobre las características de las descargas y el estudio económico de aplicación, son los factores que permiten seleccionar el grado de tratamiento deseado y las operaciones para llevarlo a cabo. (Winkler, 1996).

1.1.5.1. Procesos Unitarios.

Los contaminantes presentes en el agua residual pueden eliminarse por medios físicos, químicos y biológicos. Los métodos individuales de tratamiento, se suelen clasificar en **procesos unitarios**: (Metcalf & Eddy, 1996).

a) Físicos: Procesos donde predominan la aplicación de fuerzas físicas como: Cribado, Desmenuzadores, Sedimentación, Flotación, Filtración, Enfriamiento, etc.

b) Químicos: Agrupando operaciones basadas en reacciones específicas, utilizados sobre todo para tratar aguas industriales, donde la eliminación o conversión de los contaminantes es provocado por la adición de productos químicos; tenemos: Precipitación, Adsorción, Desinfección, Coagulación, Floculación, Neutralización, Intercambio Iónico, etc.

c) Biológicos: Operaciones cuya característica principal es la eliminación de contaminantes, esencialmente materia orgánica biodegradable (coloidales o disueltas) por medio de una población de microorganismos. Básicamente estas sustancias se convierten en gases que escapan a la atmósfera y el tejido celular biológico se elimina por sedimentación; aquí se agrupan procesos como: Lodos Activados, Lagunas de Aireación, Tanques de Estabilización, Filtros Percoladores, Discos Biológicos, etc.

1.1.5.2. Operaciones Unitarias.

Las **operaciones unitarias** de tratamiento de aguas, en la actualidad se agrupan para constituir lo que se conoce como tratamientos generales: (Metcalf & Eddy, 1996).

a) Tratamiento Preliminar. - Este dispositivo sirve para proteger las instalaciones y su funcionamiento, removiendo sólidos que por su talla o por su densidad podrían llegar a obstruir tuberías o válvulas, dañar el equipo de bombeo e interferir en los procesos subsecuentes de tratamientos. Entre las operaciones más utilizadas en esta etapa están: Cribado, Desmenuzadores, Desarenadores, Separadores de Grasas y Aceites.

b) Tratamiento Primario. - Estos tratamientos preparan las aguas para un tratamiento posterior, eliminan ciertos contaminantes, reducen las variaciones de caudal y concentración de las aguas que llegan a la planta; aquí se separan y eliminan la mayoría de los sólidos suspendidos, aproximadamente del 40 al 60%, mediante el proceso físico de la sedimentación. Cuando se agregan productos químicos en los tanques primarios se eliminan casi todos los sólidos coloidales, así como los sedimentables, o sea un total de 80-90% de los sólidos suspendidos. Entre las operaciones más utilizadas tenemos: Sedimentación, Coagulación, Flotación, Homogenización.

c) Tratamiento Secundario. - Los sistemas biológicos en general son una duplicación del proceso de autopurificación natural, basado en el proceso aparentemente simple, donde una población mixta de microorganismos utiliza como nutrientes materia orgánica, convirtiendo los compuestos orgánicos solubles en insolubles, como ocurre de manera natural en las aguas de ríos, lagunas y lagos. Estos procesos pueden clasificarse en:

1. *Aerobios*: Lodos Activados, Lagunas Aereadas, Estanques de Estabilización, Filtros Percoladores, Biodiscos.
2. *Facultativos*: Lagunas Facultativas.
3. *Anaerobios*: Digestor Anaerobio, Estanques Anaerobios, Reactores Anaerobios.

d) Tratamiento Terciario. - Se define como el tratamiento adicional necesario para eliminar sustancias tóxicas, espumantes u objetables por alguna otra razón. Estas sustancias pueden ser materia orgánica o iones relativamente simples: tales como potasio, calcio, sulfuros, nitratos, fosfatos, etc. Los sistemas de tratamiento avanzado o terciario pueden clasificarse en: Intercambio Iónico, Osmosis Inversa, Adsorción, Nitrificación, Desnitrificación, Eliminación de Fósforo, Filtración, Desinfección.

1.2. Aplicación de los Procesos Biológicos para el Tratamiento de Efluentes Industriales.

El tratamiento biológico ha sido muy exitoso en la remoción de contaminantes orgánicos en estado disuelto y coloidal de las aguas residuales. El propósito del tratamiento biológico es convertir los contaminantes de estructuras complejas, en productos finales simples (CO_2 , H_2O , NH_3 , CH_4) y un material sedimentable (biomasa), el cual pueda ser fácilmente removido del sistema. La mayoría de los procesos biológicos convencionales de tratamiento de agua están basados en fenómenos biológicos que ocurren en forma natural, pero son llevados a cabo en biorreactores a mayores velocidades. En estos procesos los principales microorganismos responsables de la biodegradación son las bacterias, pero también es importante el papel de otros, como son los protozoarios, rotíferos, hongos y algas. La dinámica de la población bacteriana en los procesos de tratamiento biológicos depende de varios factores ambientales incluyendo pH, temperatura, tipo y concentración de sustrato, aceptores de hidrógeno, disponibilidad y concentración de los nutrientes y micronutrientes esenciales tales como nitrógeno, fósforo y algunos minerales, presión osmótica, toxicidad del medio o de los productos intermedios, nivel y tipo mezclado.

Dependiendo de la presencia o ausencia de oxígeno, los procesos biológicos pueden ser aerobios, anaerobios o combinados. Existen sistemas biológicos de tratamiento en los cuales los microorganismos están en suspensión, tales como lodos activados convencionales y sus modificaciones, lagunas aereadas y de estabilización, y diferentes tipos de digestores anaerobios. En otros sistemas la biomasa se encuentra inmovilizada sobre soportes fijos o rotatorios, como son los biofiltros, llamados también filtros percoladores y los contactores rotatorios (biodiscos). Los procesos biológicos se llevan a cabo fundamentalmente en tres tipos de reactores: batch o en lote, continuos de mezcla completa y de flujo pistón. Todas estas tecnologías han encontrado una amplia aplicación inicialmente para el tratamiento de aguas residuales domésticas y después para el tratamiento de efluentes industriales con alto contenido de materia orgánica.

En un principio la aplicación de los sistemas biológicos fue exclusivamente dirigida hacia la remoción de la materia orgánica contenida en el agua, medida con los parámetros convencionales Demanda Bioquímica de Oxígeno, Demanda Química de Oxígeno, Sólidos Suspendidos, y a la estabilización de los lodos residuales. La tecnología era entendida como

una “caja negra” y la eficiencia de los procesos frecuentemente era baja. La mayor parte de los sistemas biológicos trabajaban en forma óptima solamente durante 2/3 del tiempo (Depto. de Sanidad del Edo. de Nueva York, 1994). Esto creó la necesidad de fomentar sistemas de medición y control confiable de los procesos, optimizarlos, estudiar sus mecanismos y desarrollar modelos para pronosticar los resultados y diseñar los sistemas. Como resultado fueron implementados procesos modificados, reactores y sistemas más efectivos. Posteriormente, el desarrollo tecnológico fue enfocado hacia la remoción de Nitrógeno y Fósforo.

El entendimiento de que la desnitrificación era un proceso anóxico, permitió realizar modificaciones del reactor biológico convencional, combinando zonas aerobias y anóxicas, mediante lo cual se logró desarrollar diferentes sistemas, primero para la remoción conjunta de la materia orgánica y del nitrógeno, y posteriormente para la remoción de materia orgánica, nitrógeno y fósforo. Esta de hecho fue la primera aplicación de microorganismos especializados en la biotecnología del tratamiento de aguas residuales.

Desde que se conoció el efecto de muchos compuestos tóxicos y refractarios presentes en las aguas residuales, el foco del desarrollo tecnológico ha sido extendido hacia la reducción de la toxicidad y la degradación de compuestos orgánicos complejos. Este último enfoque presentó la necesidad de analizar en detalle los procesos de biodegradación, estudiar el comportamiento, la capacidad y la cinética de biodegradación de compuestos específicos, desarrollar pruebas para identificar los efectos de inhibición, estudiar el proceso de adaptación de microorganismos y sus interacciones en la comunidad microbiana que lleva a cabo el proceso de biodegradación (ecología microbiana). Actualmente, en la literatura se han reportado un buen número de trabajos, en los que por medio de los procesos biológicos se tratan aguas residuales muy complejas, con altas cargas orgánicas y aún con valores altos de toxicidad (Martínez, 2003).

1.3. Sistema de Lodos Activados.

1.3.1. Generalidades.

El sistema de lodos activados es quizá el proceso biológico de más amplio uso para el tratamiento de aguas residuales, orgánicas e industriales (Eckenfelder y col., 1995). El

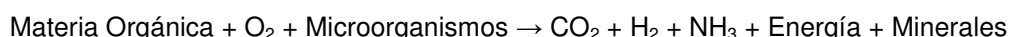
sistema de depuración por lodos activados es en realidad un ecosistema artificial en donde los organismos vivos (biocenosis) están representados con mayor o menor abundancia, por grupos de microorganismos que constituyen comunidades biológicas complejas interrelacionadas entre sí y con el medio físico que les rodea en la planta depuradora.

Este proceso fue desarrollado en Inglaterra en 1914 y llamado así porque suponía la producción de una masa activada de microorganismos capaz de estabilizar un residuo por vía aerobia. El empleo de lodos activados ofrece una alternativa para el tratamiento de aguas residuales ya que poseen una gran variedad de microorganismos capaces de remover materia orgánica presente en el agua, esto se ve favorecido por el uso de reactores que proveen de las condiciones necesarias para la biodegradación (CNA, 1994).

El principio básico del proceso consiste en que las aguas residuales se pongan en contacto con una población microbiana mixta, en forma de suspensión floculenta en un sistema aireado y agitado. La materia en suspensión y la coloidal se eliminan rápidamente de las aguas residuales por adsorción (degradación metabólica de los compuestos orgánicos principalmente por bacterias) y aglomeración en los flóculos microbianos (Ramalho, 1991).

En el proceso de degradación de materia orgánica son tres las etapas importantes:

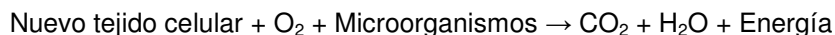
a) Metabolismo Energético.



b) Metabolismo Celular.



c) Respiración Endógena.



En el proceso de degradación biológica aerobia parte del sustrato es oxidado en la etapa de *metabolismo energético* obteniéndose como productos finales principalmente bióxido de carbono y agua; esta etapa proporciona la energía de mantenimiento utilizada por las células para continuar con sus funciones vitales y de movilidad. El sustrato restante es utilizado en la etapa de *metabolismo celular* para la síntesis de nuevas células de microorganismos, provocando esto un aumento en la cantidad de biomasa del sistema.

Debido a que el sustrato es consumido en el metabolismo energético y en el metabolismo celular, la concentración de sustrato irá disminuyendo y una vez que la cantidad de sustrato no sea la suficiente para el consumo de todos los microorganismos, éstos entrarán en una etapa de *respiración endógena*, en la cual se oxida materia celular para satisfacer las necesidades energéticas y de mantenimiento.

Debido a que los microorganismos son organismos vivos, éstos son susceptibles a los cambios climáticos, choques de cargas, presencia de toxinas, etc. Por todo esto, la eficiencia del proceso de lodos activados depende ampliamente de las características del agua al entrar al tratamiento. En el proceso de lodos activados el pH debe mantenerse en un rango óptimo de 6.0 a 8.0; si existe la presencia de aceite libre en la superficie del líquido debe ser eliminado ya que esto perjudica el proceso de transferencia de oxígeno y por lo tanto al proceso global; otro aspecto a tomar en cuenta es la presencia de metales pesados ya que al precipitarse se concentran en los lodos e inhiben la actividad microbiana, por lo que todos estos problemas deberán ser eliminados mediante tratamientos previos.

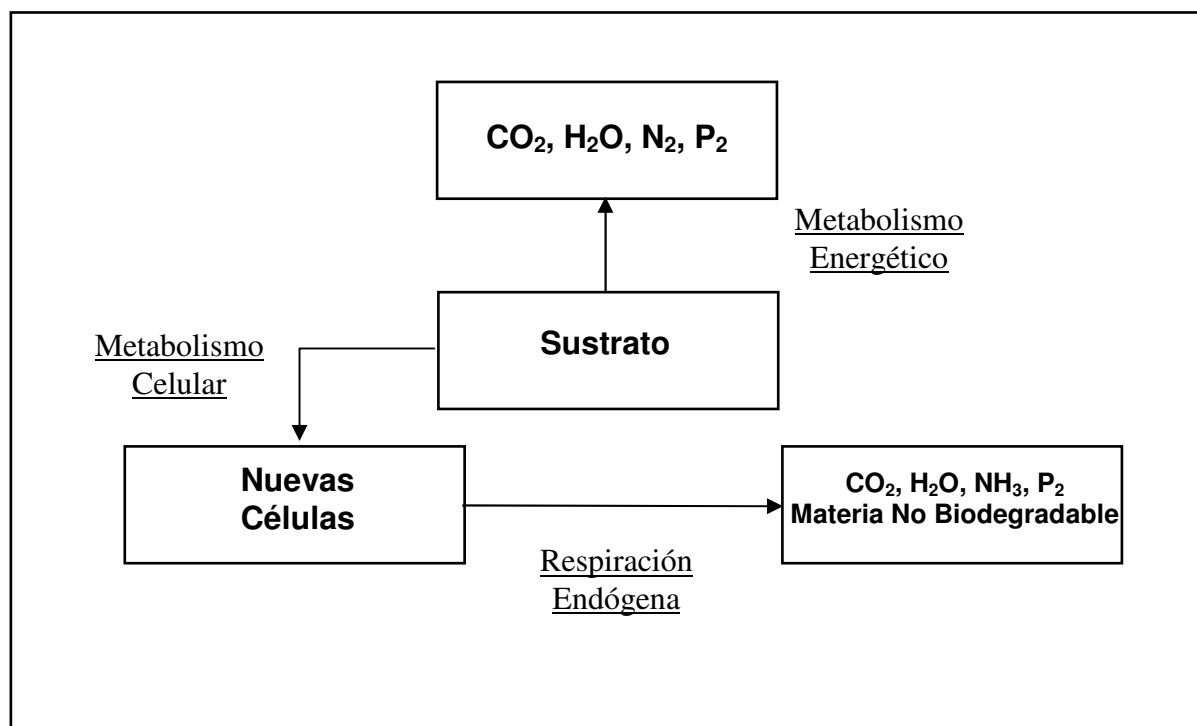


Figura 1.2. Mecanismos de degradación.

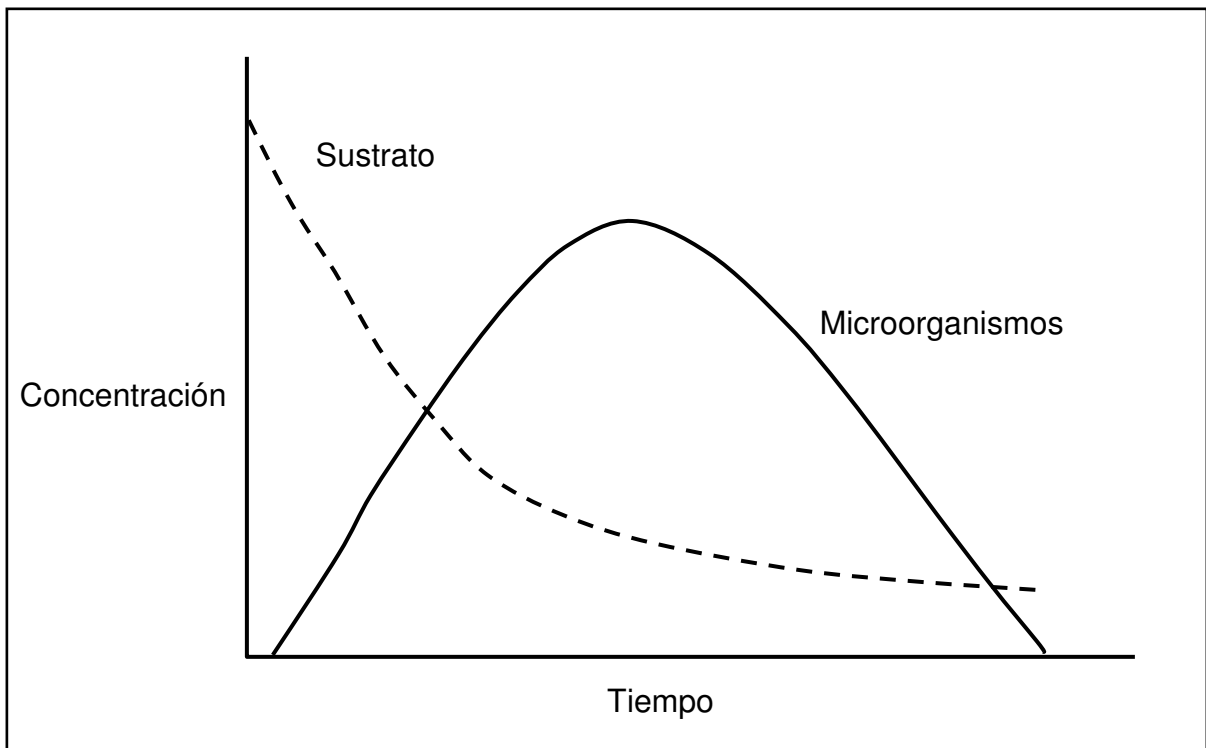


Figura 1.3. Curva de crecimiento microbiano.

1.3.2. El Proceso de Lodos Activados.

El proceso de lodos activados es un sistema de dos etapas que se realizan en tanques de aireación y clarificadores secundarios. Un proceso típico de lodos activados es el que se muestra a continuación.

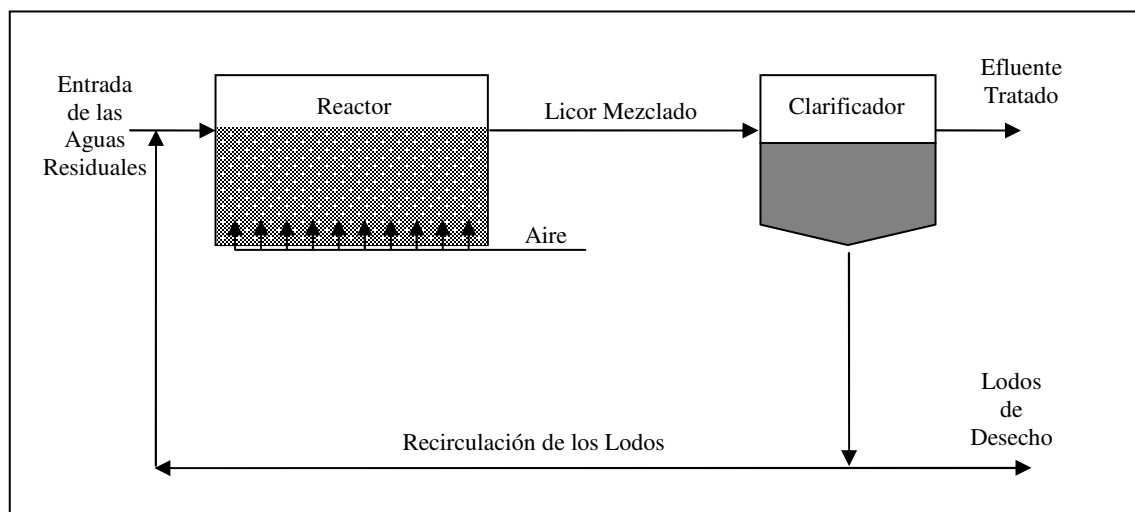


Figura 2.4. Configuración característica de un proceso de Lodos Activados para el tratamiento de aguas residuales.

El tanque de aireación recibe el efluente primario o el agua residual y los trata en un ambiente controlado en el cual los residuos orgánicos son consumidos de forma eficaz por los microorganismos. Un ambiente controlado también proporciona un crecimiento máximo y una reproducción de los microorganismos en el flóculo biológico. Esto asegura que el flóculo tendrá buenas características de decantabilidad y por tanto, decantará rápidamente en el clarificador secundario.

El clarificador secundario (también llamado tanque de decantación o de sedimentación) facilita la separación de los sólidos en suspensión del agua residual tratada. Los sólidos suspendidos del licor mezcla del tanque de aireación pasan al clarificador secundario, donde los sólidos decantan. La mayor parte de los lodos activados decantados retornan a la parte inicial del tanque de aireación (recirculación). La recirculación se mantiene para proporcionar una población de microorganismos la que asegure un tratamiento deseado del agua residual. El exceso de sólidos que se producen en el proceso se elimina del sistema (purga) bombeándolos a la zona de tratamiento de lodos, para un tratamiento posterior.

La materia orgánica es fuente de carbono y energía para el crecimiento celular. Se transforma en tejido celular y otros productos finales como dióxido de carbono (CO_2). El éxito del proceso de lodos activados depende de cómo los microorganismos eliminan (metabolizan) la materia orgánica residual y posteriormente flocculan y decantan para producir un efluente clarificado.

Los procesos de lodos activados se utilizan ampliamente puesto que son capaces de reducir la DBO y sólidos en suspensión (SS) en un 90%, comparado con el 70-80% de eliminación para un sistema de lecho fijo.

1.3.3. Microbiología del Proceso.

Para diseñar un sistema de lodos activados correctamente y con la debida garantía de buen funcionamiento, es necesario comprender la importancia de los microorganismos dentro del sistema. La biomasa está constituida por un 95% de bacterias y un 5% de protozoos: amebas, flagelados, ciliados, rotíferos y nemátodos.

En la naturaleza, el papel clave de las bacterias es descomponer la materia orgánica producida por otros organismos vivos. En el proceso de lodos activados las bacterias son los microorganismos claves ya que son las responsables de la descomposición de la materia orgánica del agua residual con el fin de obtener energía para la síntesis del resto de la materia orgánica en forma de nuevas células.

En realidad, solo una parte del residuo original es verdaderamente oxidado a compuestos de bajo contenido energético, tales como NO_3^- , SO_4^{2-} y CO_2 ; el resto se sintetiza en forma de materia celular. Los productos intermedios que se forman antes de producirse los productos finales de oxidación son muy diversos.

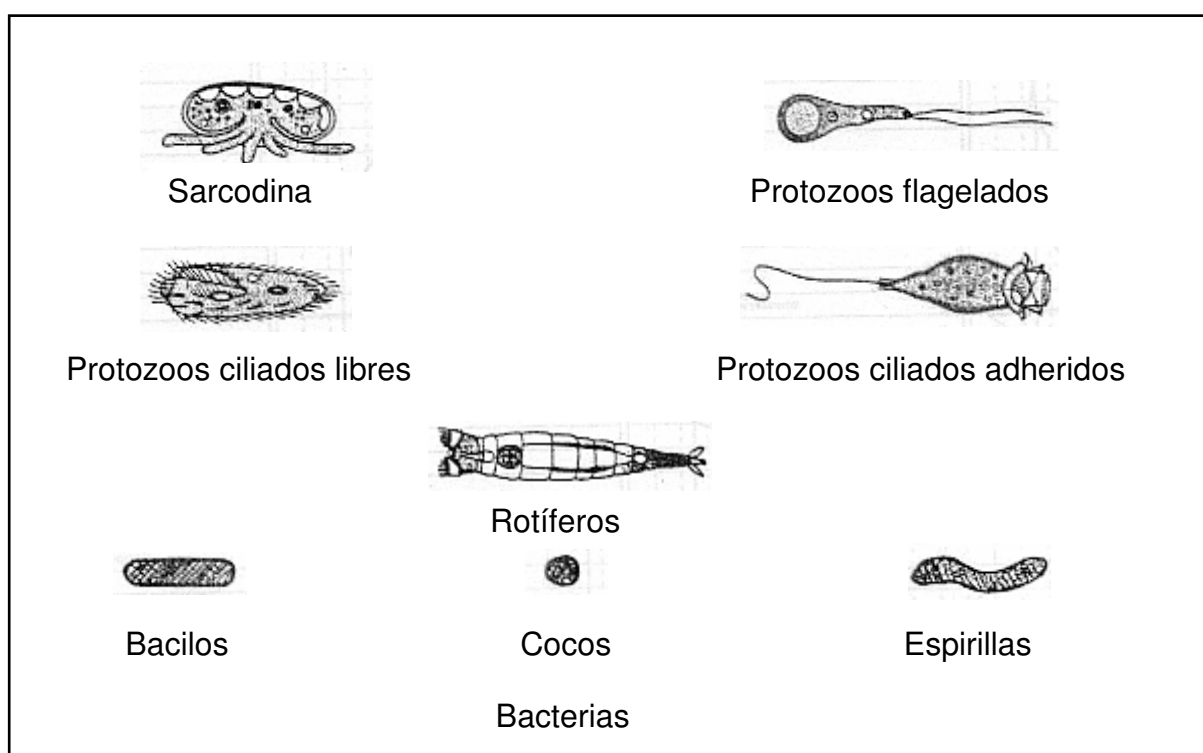


Figura 2.5. Microorganismos comunes del proceso de lodos activados.

En general las bacterias que intervienen en el proceso de lodos activados incluyen los géneros *Pseudomonas*, *Zoogloea*, *Micrococcus*, *Aeromonas* alrededor de 300 cepas, *Achromobacter*, *Flavobacterium*, *Alcaligenes*, *Bacillus*, *Nocardia*, *Bdellivibrio*, *Mycobacterium*, *Cornebacterium*, *Comamonas*, *Brevibacterium*, *Acinetobacter*, las dos bacterias nitrificantes más comunes *Nitrosomonas* y *Nitrobacter*, las bacterias rojas no sulfurosas *Rhodospirillaceae*, y en menor presencia las rojas y verdes

sulfurosas que ejercen un papel deficiente en la remoción de lodos y son indicadoras de problemas en el lodo.

Adicionalmente se pueden presentar diversas formas filamentosas tales como la *Sphaerotilus*, *Beggiatoa*, *Thiothrix*, *Lecicothrix* y *Vitreosilla* que pueden producir “bulking” o abultamiento del lodo cuando existe una superabundancia de las mismas en el líquido mezcla. La presencia de estos organismos provoca que los flóculos en el reactor sean voluminosos y poco consistentes, produciéndose un efluente de mala calidad.

No obstante que las bacterias son los microorganismos que realmente degradan el residuo orgánico del efluente, las actividades metabólicas de otros organismos son igualmente importantes en el sistema de lodos activados; los protozoos y rotíferos ejercen una acción de refinado de los efluentes; los protozoos consumen bacterias dispersas que no han floculado y los rotíferos consumen cualquier partícula biológica pequeña que no haya sedimentado. Los hongos sólo estarán presentes con pH bajos, en presencia de tóxicos, o deficiencias de N_2 como el *Geothrichum*, *Penicillium*, *Cephalosporium* y *Aspergillus* que producen abultamiento de lodo.

Los protozoos son predadores de bacterias, se reducen en presencia de tóxicos: *Aspidisca* (se reduce en aguas contaminadas con cadmio). Hay también ciliados libres, rastreros y adheridos que pastan bacterias en la superficie de los flóculos. Entre los ciliados libres tenemos *Chilodonella*, *Euphlotes*, *Colpidium*, *Lionotus*, *Blepharisma*, *Paramecium*, *Spirostomum*, *Trachelophyllum*, *Asoidisca* y *Euphlotes* se atacan mutuamente en los flocs. Entre los pedunculados tenemos: *Carchesium*, *Vorticella*, *Opercularia*, *Eoistylis*. Entre los flagelados se presentan *Bodomonosiga*, *Pleuromonas*, *Exaimitus*, *Poteridendron*. Los Rhizopodos o Sarcodinos como *Amoeba* sp, *A. proteus* y *Arcella*.

Un alto número de ciliados libres y flagelados indican bacterias 10^8 y ciliados adheridos (Pedunculados) abundantes indican bacterias 10^6 ; además la presencia de protozoos en general indican reducción de DBO, sólidos suspendidos, bacterias incluyendo patógenas, lo que indica eficiencia del proceso en remoción de DBO (a mayor número de ciliados adheridos y rotíferos mayor remoción en DBO).

Los rotíferos ejercen una acción de purificación del efluente y consumen cualquier partícula biológica pequeña que no haya sedimentado. Se encuentran Metazoos en las superficies del floc, como *Lecane*, *Notommata*, *Philodina*, *Habrotrocha*, y se alimentan de bacterias libres fuera del floc contribuyendo a la correcta formación del mismo.

Por otro, del mismo modo que es importante que las bacterias descompongan el residuo orgánico tan pronto como sea posible, también lo es el que formen un flóculo adecuado, puesto que este punto constituye un requisito previo para la preparación de los sólidos biológicos en las instalaciones de sedimentación. Se ha observado que cuando se aumenta el tiempo medio de retención celular mejoran las características de rendimiento del floc biológico, ello se debe a que cuando se aumenta la edad media de la célula, la carga superficial de los mismos se reduce y los microorganismos comienzan a producir polímeros extracelulares quedando al cabo del tiempo envueltos en una capa viscosa (cápsula gelatinosa de protección) promoviendo la formación de flóculos que pueden eliminarse fácilmente mediante sedimentación.

La dependencia de la temperatura en la constante de la velocidad de la reacción biológica es muy importante a la hora de valorar la eficacia de un proceso biológico. La temperatura no solo influye en la actividad metabólica de la población microbiológica sino que tiene un profundo efecto en los factores como las tasas de transformación de gases y característicos de sedimentación de los sólidos biológicos.

1.3.4. Criterios de Diseño y Evaluación de la Operación.

El proceso de lodos activados puede convertir casi toda la materia orgánica del influente a sólidos. Los sólidos tienen que ser removidos de tal manera que se obtenga un efluente de mala calidad en términos de materia orgánica. Para que esto se realice eficientemente se requiere de un control operacional cuidadoso de sólidos para producir un efluente de buena calidad. Los siguientes términos son importantes en la evaluación de sistemas de lodos activados:

1.- Sólidos Suspendidos en el Licor Mezclado (MLSS).- Esta es una medida muy importante y muestra la cantidad de lodo en el tanque de aireación. En plantas grandes este parámetro se determina varias veces al día y en plantas pequeñas sólo una vez.

2.- *Sólidos Suspendidos Volátiles en el Licor Mezclado (MLVSS).*- Este análisis indirectamente muestra la fracción de masa activa biológica de sólidos en el licor mezclado y directamente nos dice la cantidad inerte de sólidos. Por ejemplo, la cantidad de MLVSS esta entre 70-80% de los MLSS. Sin embargo cuando hay fuertes infiltraciones en el drenaje, el acarreo de arcilla puede disminuir los MLVSS de 55 a 60%. Cuando el porcentaje de MLVSS disminuye hay que aumentar los MLSS para mantener el mismo nivel de microorganismos activos.

3.- *Oxígeno Disuelto (O.D).*- La actividad de los microorganismos está relacionada con la cantidad de oxígeno. Esta determinación se obtiene utilizando medidas de oxígeno disuelto disponible. El O.D. es uno de los parámetros más importantes para el buen funcionamiento de los biorreactores y su valor debe de estar entre 1.0 y 2.0 mg/l.

4.- *Índice Volumétrico de Lodo (IVL).*- Es uno de los parámetros mas importantes para el buen funcionamiento de los procesos biológicos secundarios (biorreactores y clarificadores) este índice volumétrico de lodos debe siempre encontrarse dentro del nivel aceptable de los valores de 50 a 150 mg/ml, en el cual el lodo presenta buenas características de sedimentabilidad (lo que a su vez implica que se cuenta con una amplia gama de microorganismos; desde bacterias, algas, protozoarios hasta rotíferos presentes en los SSVLM). El IVL ayudará a evaluar las características de decantabilidad de un lodo activo cuando la concentración de sólidos del sistema cambia. El IVL se define como el volumen de un lodo en mililitros ocupado por un gramo de fango activo, después de 30 minutos de decantación y se relaciona el volumen decantado en 30 min con la concentración de sólidos en la muestra. Es importante que la evaluación del IVL se realice con la misma muestra de velocidad de sedimentación.

$$IVL = \frac{\text{Lodo sedimentado después de 30 min (ml/l)} \times 1000}{MLSS \text{ (mg/l)}}$$

Si el promedio de IVL es superior a 150 mg/ml, esto origina que se tenga un lodo esponjoso con muy pobre sedimentabilidad en el clarificador, provocando que los sólidos suspendidos sean arrastrados en el efluente lo cual resulta una mala calidad en el efluente final de la planta.

5.- *Relación Alimento/Microorganismo (F/M).*- Este parámetro es usado para expresar la carga total de materia orgánica en el sistema biológico, y es la relación que existe entre los kilogramos de DBO_5 que entran al tanque de aireación por día y los kilogramos de MLVSS en el tanque de aireación y el clarificador secundario. Una relación de F/M alta refleja una carga alta en el sistema de lodos activados, y esto indica que se está desechando mucho lodo. Un valor muy alto de F/M (>0.5) indica normalmente un sistema inestable; aunque hay ocasiones en que una planta de este tipo opera muy bien a $F/M > 0.5$. Una relación de F/M baja (menor de 0.1) indica una planta que tiene una carga baja orgánica. En aireación extendida llegan a presentarse $F/M < 0.1$.

$$\frac{F}{M} = \frac{\text{DBO}_5 \text{ que entra al tanque de aireación en kg/día}}{\text{SSVLM en el tanque de aireación en kg}}$$

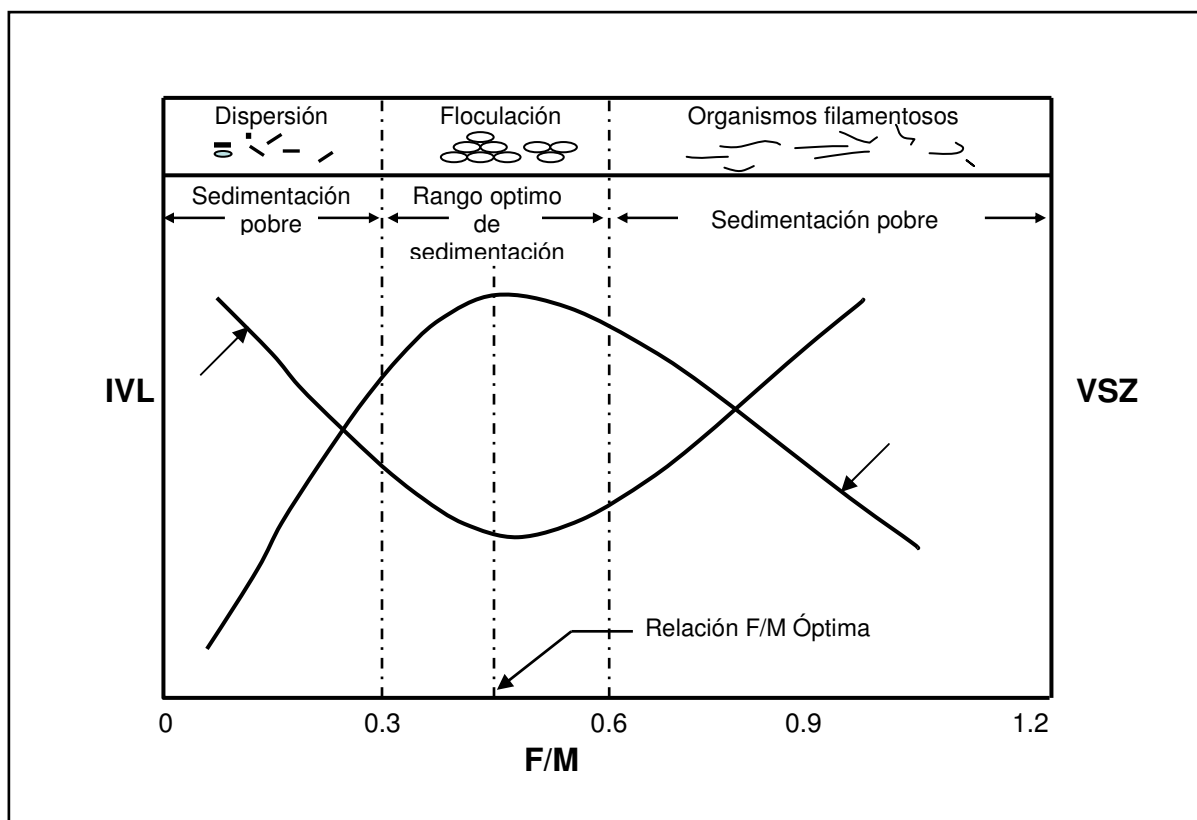


Figura 2.6. Correlación típica de IVL y VSZ contra la relación F/M .

6.- *Tiempo de Medio de Retención Celular (MCRT)*. - Es el tiempo promedio que los sólidos son mantenidos en el proceso.

1.4. Descripción de la Unidad de Tratamiento de Efluentes de Petroquímica Morelos S.A de C.V.

Las corrientes de los distintos procesos petroquímicos del complejo, aguas aceitosas mas el agua de apagado de la planta de etileno, llegan a la Planta y pasan a un tratamiento primario en el cual se recupera el aceite libre. El agua libre de aceite llega a las fosas de igualación A/B en donde se estabilizan y neutralizan para poder ser enviadas al tratamiento secundario, mediante bombeo para depositarlas en los tanques para reacción biológica A/B (reactores de mezcla completa), en donde se favorece la reacción aeróbica de bacterias por medio de la inclusión de aire atmosférico en la mezcla de agua con bacterias activadas, estas últimas se inoculan y se mantienen vivas con la incorporación de nutrientes biológicos (nitrógeno y fósforo). Una vez que se verifica la aireación y mezclado total del agua en los reactores biológicos, ésta pasa por gravedad a los sedimentadores A/B, en los cuales el agua se encuentra en reposo casi total y por lo tanto, se favorece la sedimentación de los lodos biológicos suspendidos, de donde son extraídos en concentración aprox. de 1% en peso por medio de purgas intermitentes y conducidos a un cárcamo de bombeo de lodos de donde pasan al espesador de lodos en el cual mediante un proceso similar al del sedimentador, son concentrados hasta un 8% en peso, los lodos resultantes son conducidos por bombeo a las centrifugadoras de lodos, en las cuales son concentrados del 15 al 20% en peso para posteriormente transportarlos en carros góndola a lechos de secado, los cuales se localizan fuera del complejo.

El agua de los lodos durante el tratamiento secundario, se ha calculado que sufre una depuración de la DBO₅ de 1300 ppm, en el influente hasta un efluente final con una DBO₅ de 60 ppm. La figura 2.7. muestra el diagrama de flujo simplificado de la Unidad de Tratamiento de Efluentes de PEMOSA.

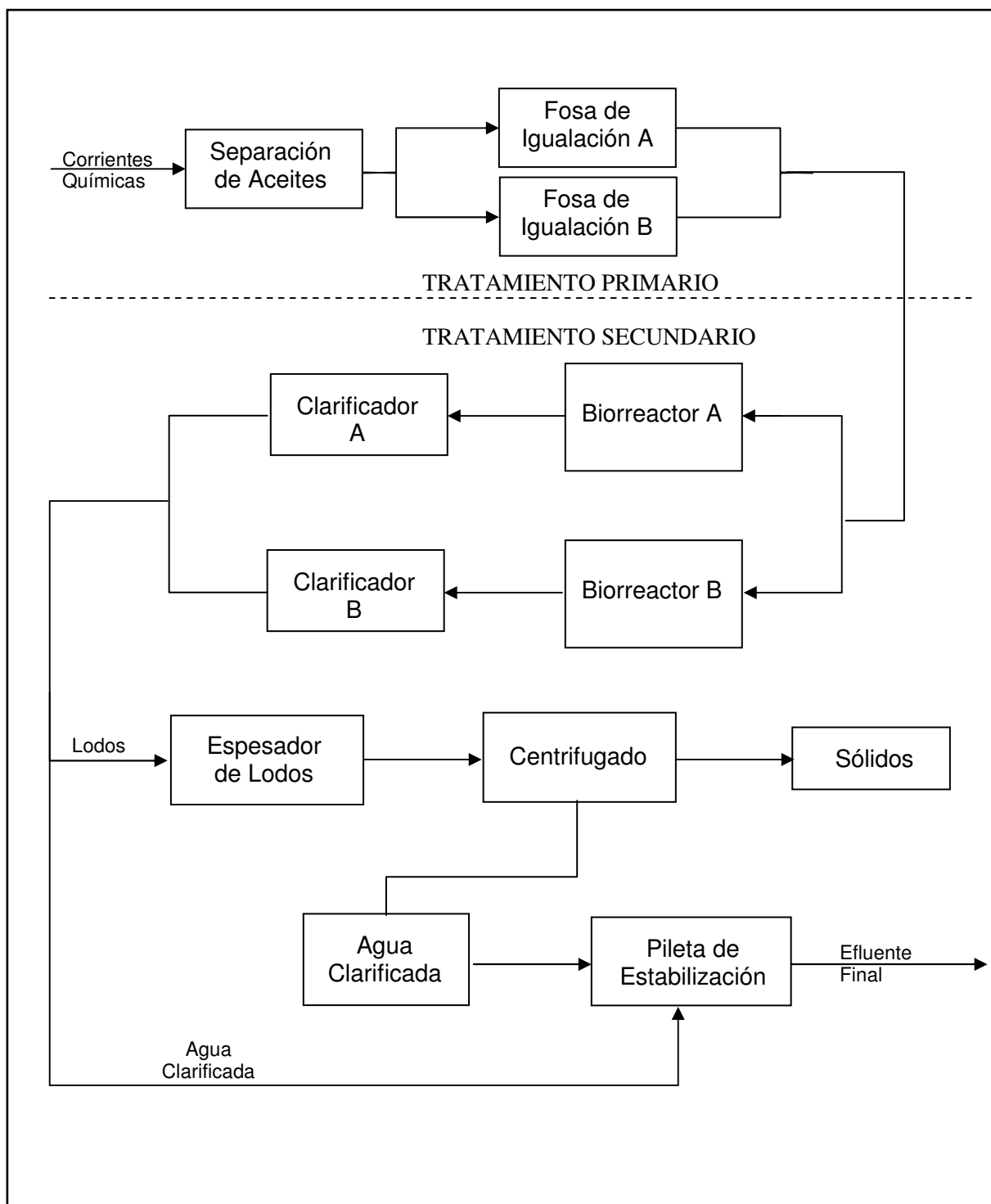


Figura 2.7. Diagrama de flujo del Proceso de depuración del agua residual de PEMOSA.

1.5. Pruebas típicas de laboratorio para determinar la Eficiencia en Plantas de Tratamiento.

Los parámetros analíticos para valorar las plantas de tratamiento son de gran importancia, ya que ayudan a controlar y valorar la eficiencia de cada una de ellas. Los parámetros utilizados generalmente son:

1. Pruebas para MATERIA SÓLIDA en varios estados: Sólidos Totales, Sólidos en Suspensión, Sólidos Disueltos, Sólidos Volátiles y Sólidos Sedimentables, Grasas y Aceites y Turbiedad.
2. Pruebas para MATERIA ORGÁNICA: Sólidos Totales, Sólidos Suspendidos, Sólidos Sedimentables, Demanda Bioquímica de Oxígeno, Demanda Química de Oxígeno, Sulfuros, Nitrógeno Orgánico, Olor y Grasas y Aceites.
3. Pruebas que miden la COMPOSICIÓN (con respecto a la materia sólida y orgánica): Nitrógeno Amoniacal-Orgánico, Nitritos, Nitratos, Fosfatos, Oxígeno Disuelto, Sulfuros, Cloruros, Acidez y Alcalinidad.
4. Pruebas que miden la CONDICIÓN (explican el progreso de la descomposición de las sustancias orgánicas en las aguas residuales, y su seguridad biológica): Pruebas Fisicoquímicas, Químicas y Bioquímicas (O.D., DBO, DQO, Sulfuros, Olor, Nitrógeno) y Examen Bacteriológico.

CAPITULO 2

Desarrollo Experimental

2.1. Montaje del Reactor Piloto de Lodos Activados.

Para simular el tren de tratamiento biológico se contó con un sistema experimental constituido por un tanque de alimentación, un reactor y un tanque para el efluente clarificado.

El reactor es construido de material plexiglás el cual tiene una capacidad de 14.25 l (0.01425 m^3). El reactor fue dividido en dos zonas: una de aireación con capacidad de 9.5 l (0.0095 m^3) y otra de sedimentación o clarificación con capacidad de 7.75 l (0.00775 m^3), esto con la finalidad de regular la recirculación de los lodos sedimentados.

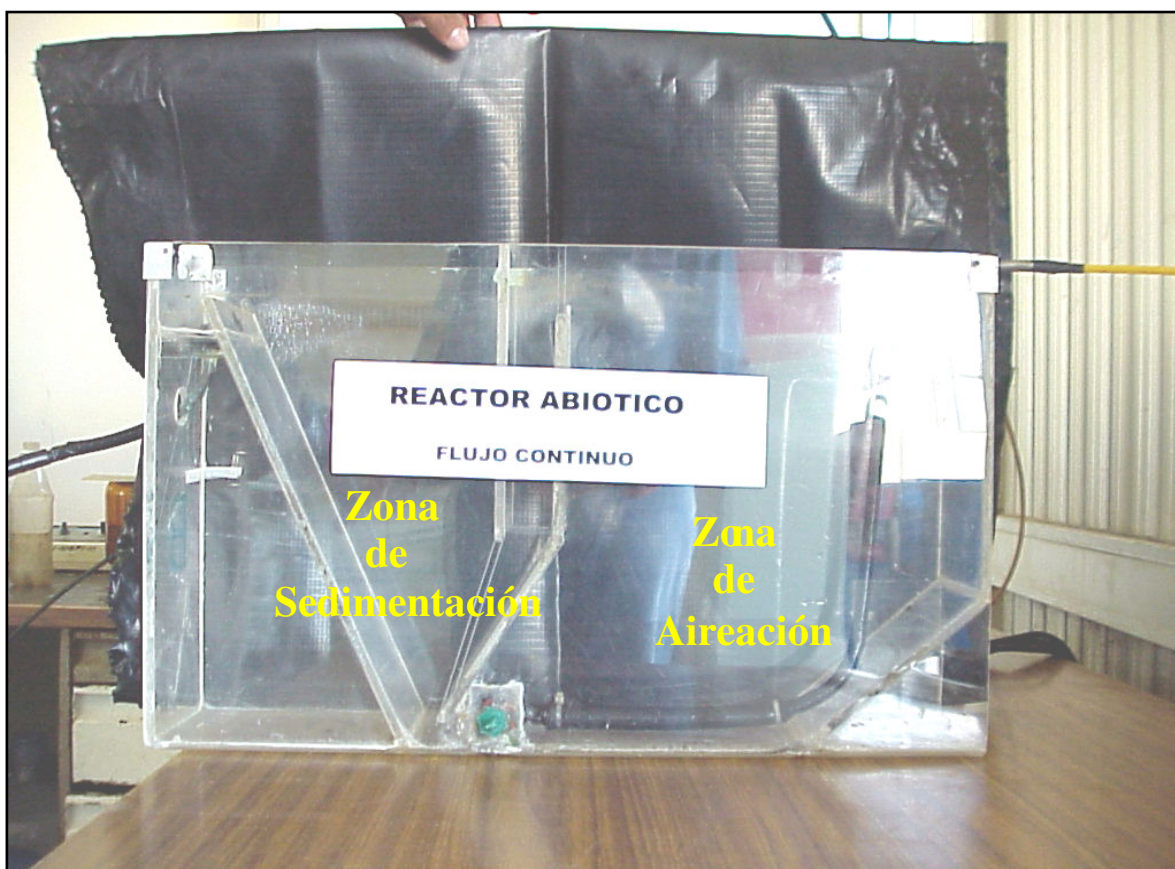


Figura 2.1. Reactor Abiótico (Flujo Continuo).

Al reactor se le alimentó aire comprimido por medio de un difusor de membrana perforada, esto con la finalidad de proporcionar el oxígeno y turbulencia necesaria para mezclar los lodos en la cámara de aireación.



Figura 2.2. Difusor de membrana perforada.

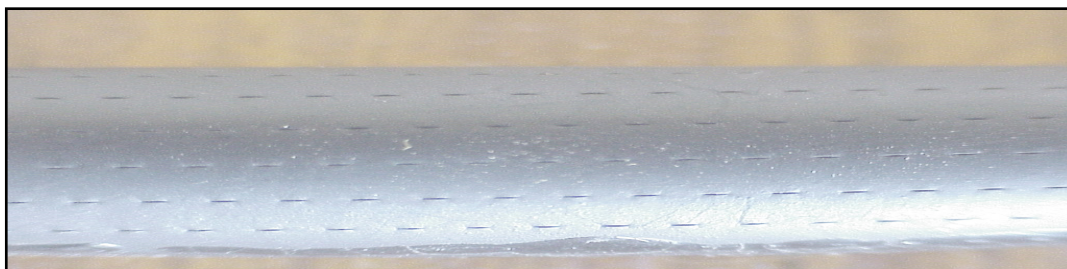


Figura 2.3. Vista ampliada de la membrana perforada.



Figura 2.4. Cámara 3 del biorreactor B de la Planta de Tratamiento de Efluentes de Petroquímica Morelos S.A. de C.V.

La cepa de microorganismos utilizada fue obtenida de la cámara 3 del biorreactor B de la Unidad de Tratamiento de Efluentes de Petroquímica Morelos S.A. de C.V.

La muestra de agua residual utilizada para este estudio fue tomada de la corriente de agua de apagado que llega a la Unidad de Tratamiento de Efluentes de Petroquímica Morelos S.A. de C.V.

El agua residual o influente se alimenta continuamente desde un recipiente de polipropileno mediante una bomba peristáltica.



Figura 2.5. Influyente. Agua residual.



Figura 2.6. Bomba peristáltica.

2.2. Desarrollo Experimental.

La puesta en marcha se realizó aclimatando la cepa de microorganismos obtenida del biorreactor de la Unidad de Tratamiento de Efluentes.

Esta cepa aclimatada fue depositada en la zona de aireación del reactor piloto, el cual se puso a operar bajo el régimen continuo.

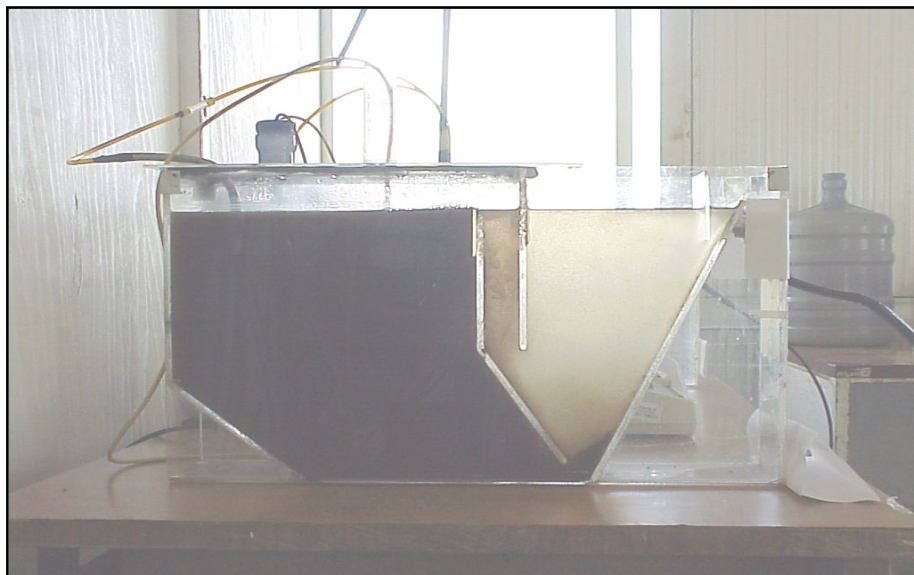


Figura 2.7. Reactor piloto con lodos aclimatados, para la puesta en marcha del estudio.

A estos lodos se les realizó una rutina de análisis obteniéndose los siguientes datos:

DQO sol. = 68 mg/l pH = 7.4 SST = 3190 mg/l SSV = 2570 mg/l

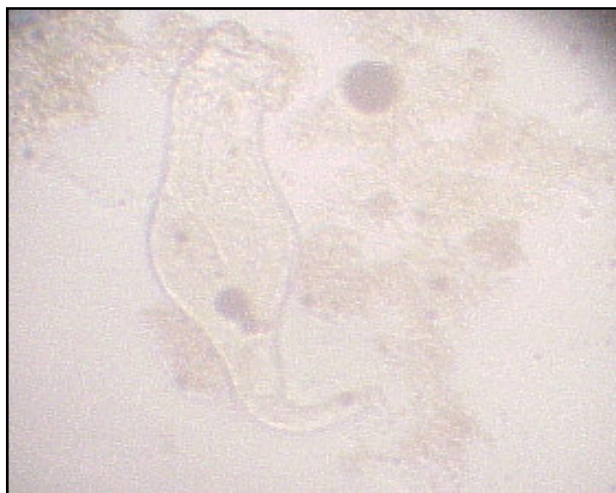


Figura 2.8. Vista microscópica del lodo proveniente del biorreactor B de PEMOSA.

A este lodo se le realizó un análisis microscópico para identificar los microorganismos presentes, en el cual se encontró la presencia de protozoarios lo que indicó que el lodo era de buena calidad. A la cámara de aireación se le inyectó aire para obtener una mezcla completa. El agua residual se alimentaba continuamente y se ajustó mediante la bomba peristáltica. Al agua residual o influente también se le realizó una rutina de análisis donde:

DQO sol. = 215mg/l pH = 5.0

Los caudales se determinaron mediante la calibración, esto es midiendo el volumen del agua residual obtenida durante un periodo de tiempo correspondiente a cada posición de la bomba. El caudal que se utilizó fue el necesario para obtener el tiempo de residencia deseado en la cámara de aireación. El reactor se opera hasta que se alcancen las condiciones estables de operación.

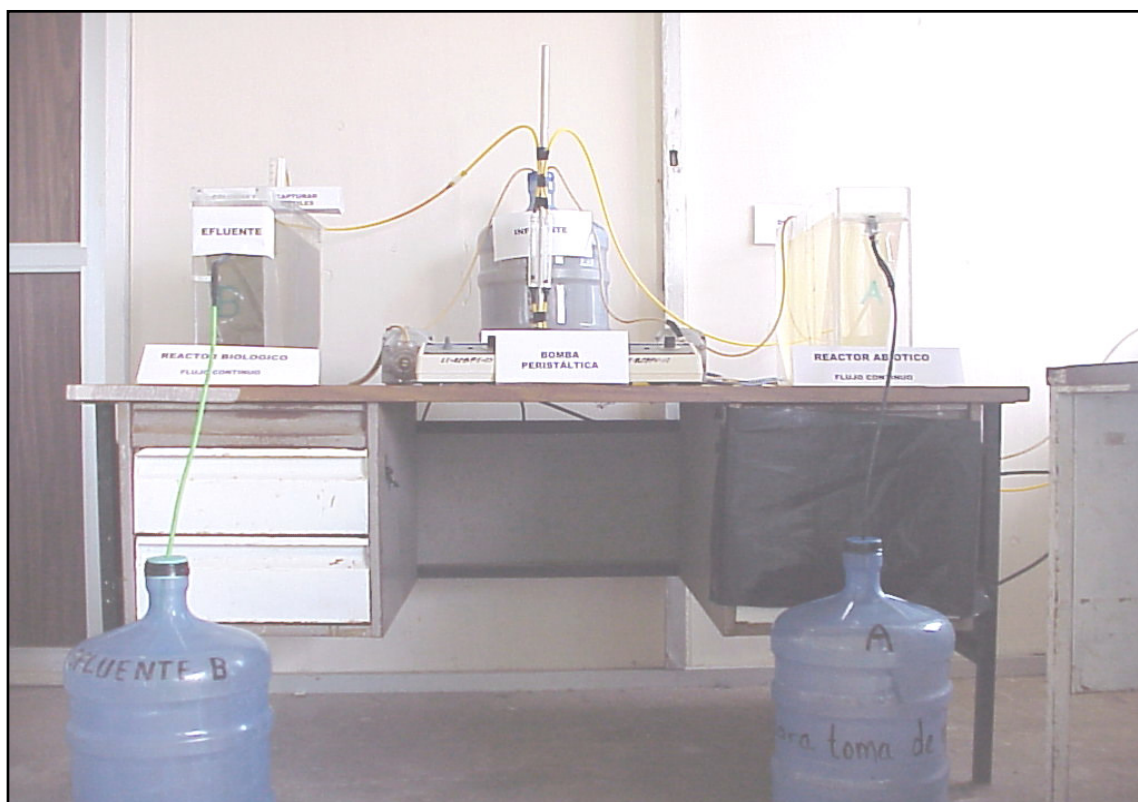


Figura 3.9. Establecimiento del sistema piloto de lodos activados.

3.3. Metodología de Análisis.

Una vez que quedó establecido y puesto en operación el Reactor Piloto del Sistema de Lodos Activados se procedió a realizar la metodología de análisis programada. Esto con la finalidad de medir la cantidad de materia orgánica presente en el sistema, la concentración de microorganismos presentes para que el reactor opere bajo las condiciones necesarias o de equilibrio. El programa de análisis y muestreo para el reactor continuo se realizó de la siguiente manera:

1.- Parámetros a analizar.

Influente

- DQO
- pH
- Temperatura

Reactor

- SST
- SSV
- DQOs
- pH
- Temperatura
- Oxígeno Disuelto
- Índice Volumétrico de Lodos

Efluente

- DQO
- pH
- Temperatura
- SST
- SSV

2.- Los análisis realizados al reactor piloto se llevaron a cabo de acuerdo a las técnicas que se muestran en el capítulo anexos, apéndice II.

3.- Cuando se tomaban muestras para los análisis antes mencionados se tomaban dos litros de muestra y la muestra que no se utilizaba se regresaba al reactor.

CAPITULO 3

Análisis de Resultados

3.1. Resultados Experimentales.

Los resultados obtenidos de las rutinas de análisis realizadas se presentan a continuación gráficamente. Estos tipos de gráficos demuestran como se comportó el reactor piloto durante el período de duración del proyecto.

MAYO DEL 2002.

El 15 de mayo del 2002 inició la rutina de análisis correspondiente al reactor piloto de lodos activados, se utilizó como influente agua de apagado de etileno, esta corriente es enviada de la planta de Etileno al tratamiento primario de la Planta de Tratamiento de Efluentes.

En este mes se tuvieron problemas para lograr el que el oxígeno disuelto se mantuviera estable, la concentración de éste no disminuía, esta sobreaireación ocasionaba el rompimiento de flóculos de sólidos suspendidos en el licor mezclado, los cuales se observaban en la superficie de la zona de aireación y también en la zona de clarificación del reactor piloto. También se observó que había un porcentaje de remoción de materia orgánica aceptable.

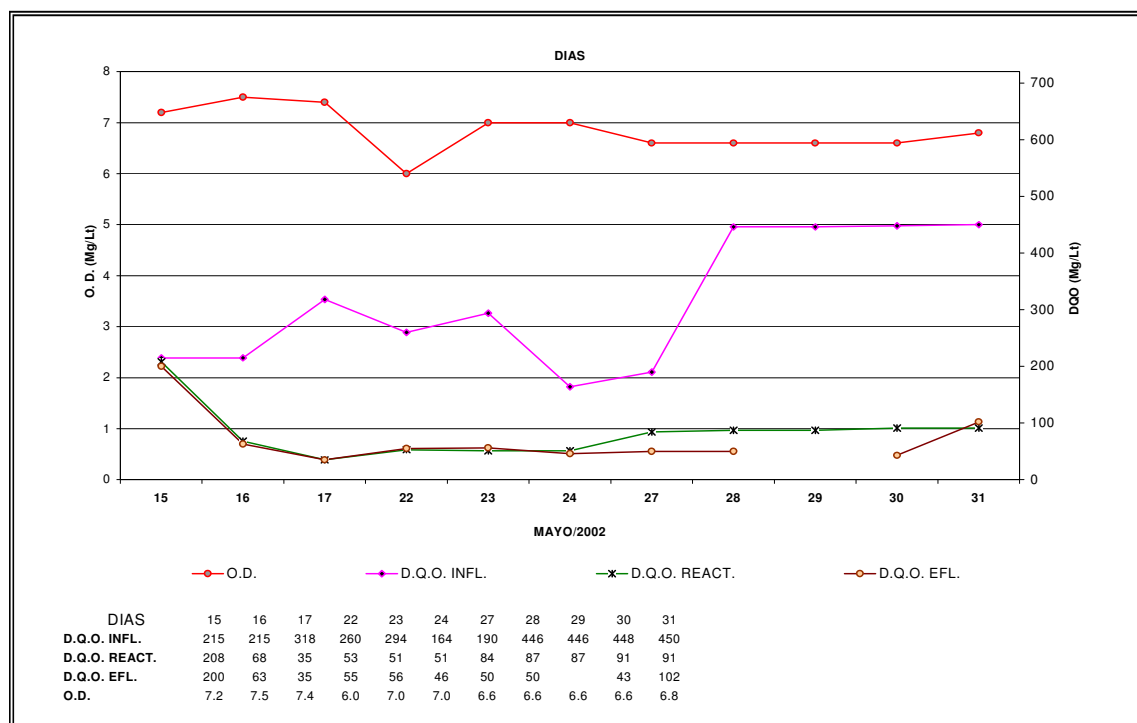


Figura 3.1. Comportamiento del Reactor Piloto.

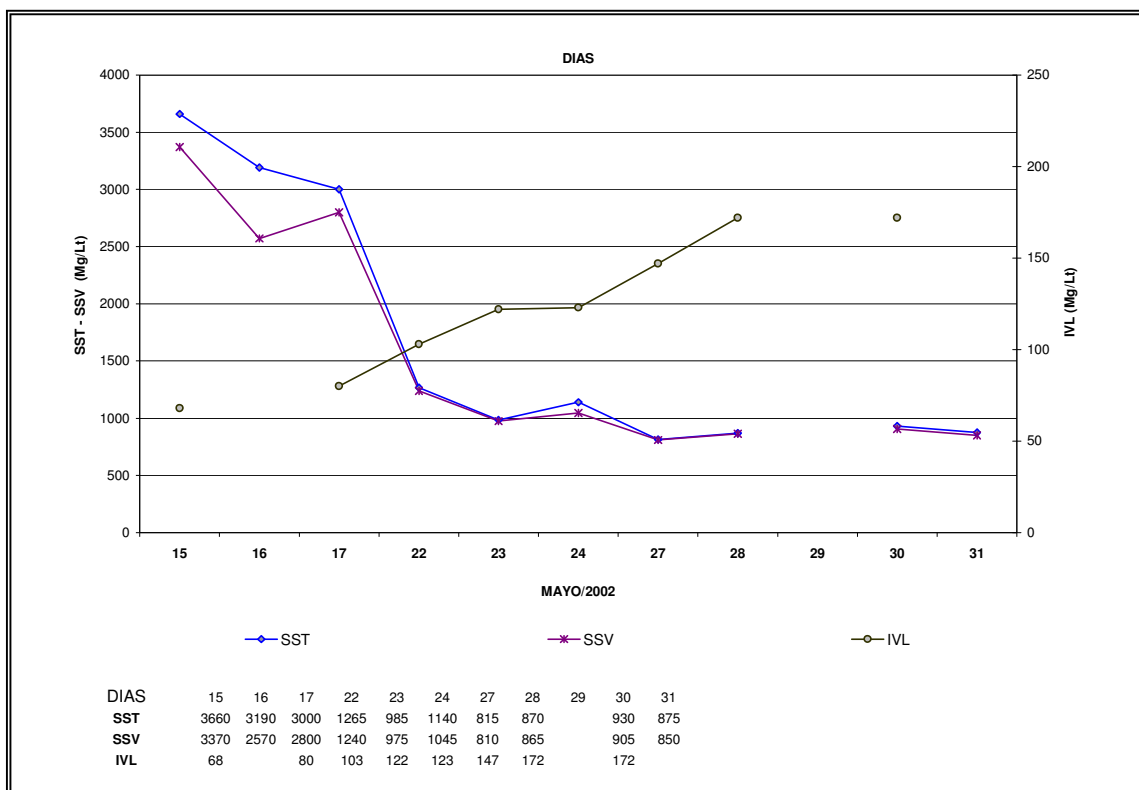


Figura 3.2. Comportamiento del Reactor Piloto.

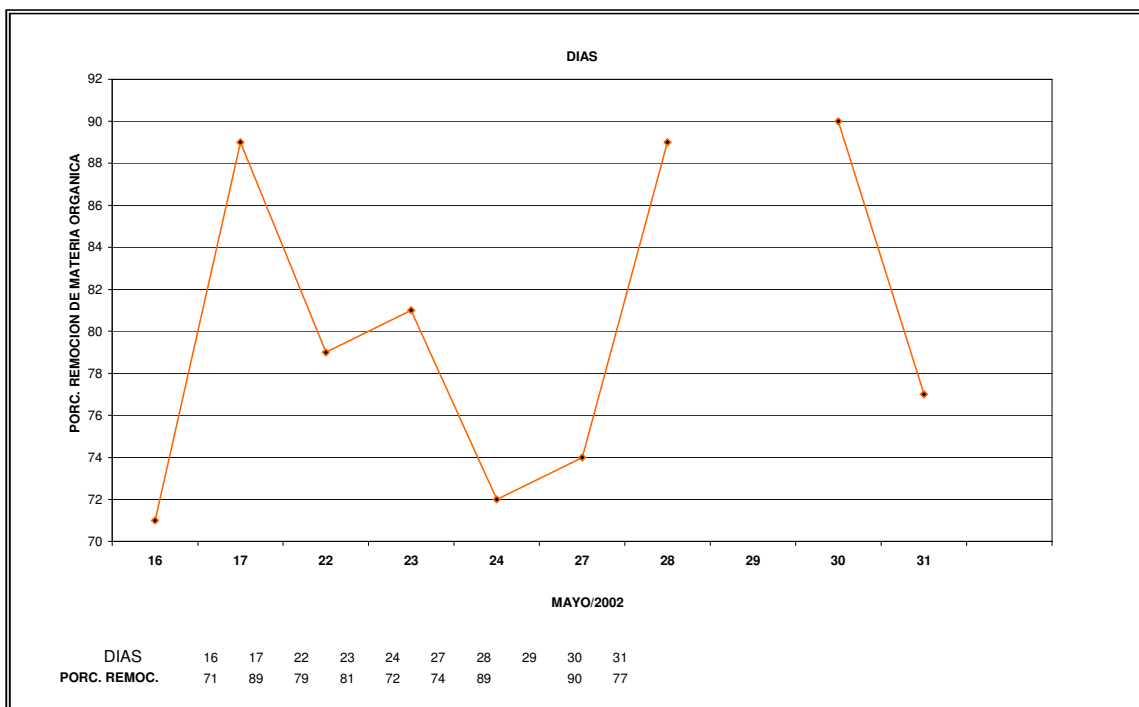


Figura 3.3. Porcentaje de remoción de materia orgánica.

JUNIO DEL 2002.

En este mes se logró observar que al controlar el oxígeno disuelto la biomasa empezó a formar flóculos de fácil sedimentabilidad, el lodo obtuvo una buena coloración y mejoró la calidad del efluente del clarificador.

También se pudo observar que en cuanto a la DQO soluble del reactor esta se encontraba entre los límites permisibles, indicando una buena remoción de materia orgánica.

En cuanto a los sólidos, estos variaban continuamente. Esto pudo deberse a que nuestro reactor piloto no contaba con recirculación y la eliminación de lodos se hacia manual. Esto propició que el lodo tuviera problemas de sedimentabilidad.

En cuanto al influente se seguía suministrando agua de apagado de etileno.

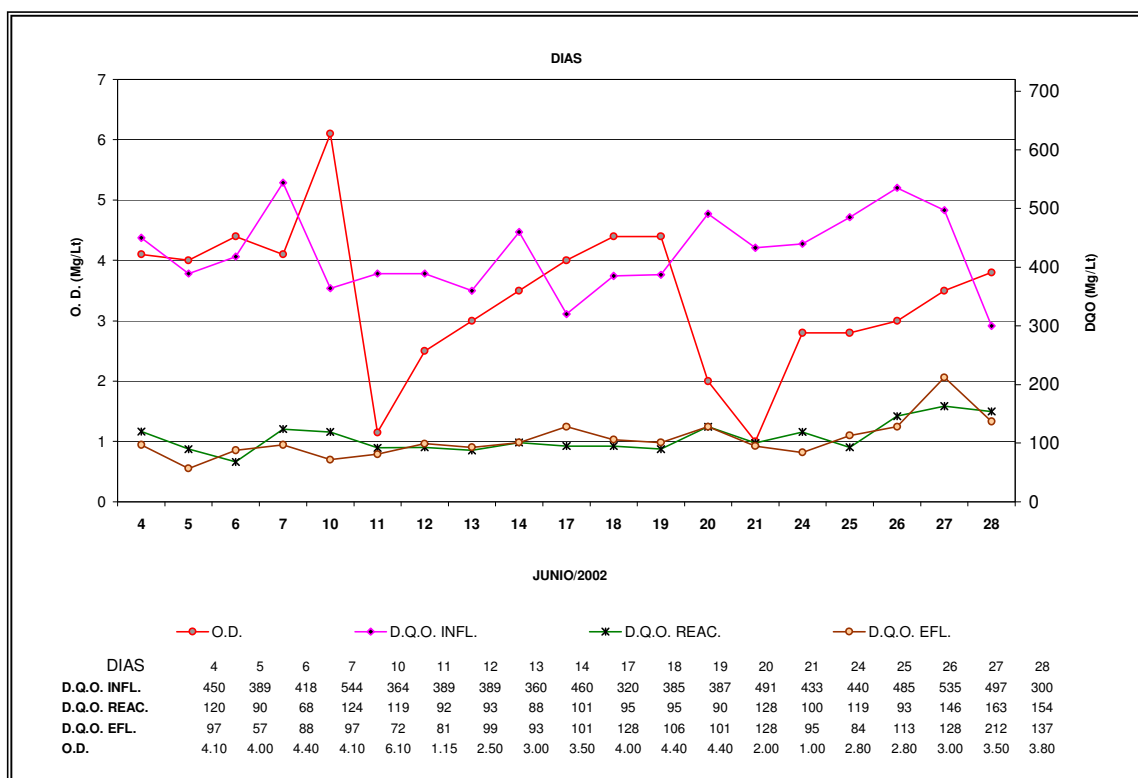


Figura 3.4. Comportamiento del Reactor Piloto.

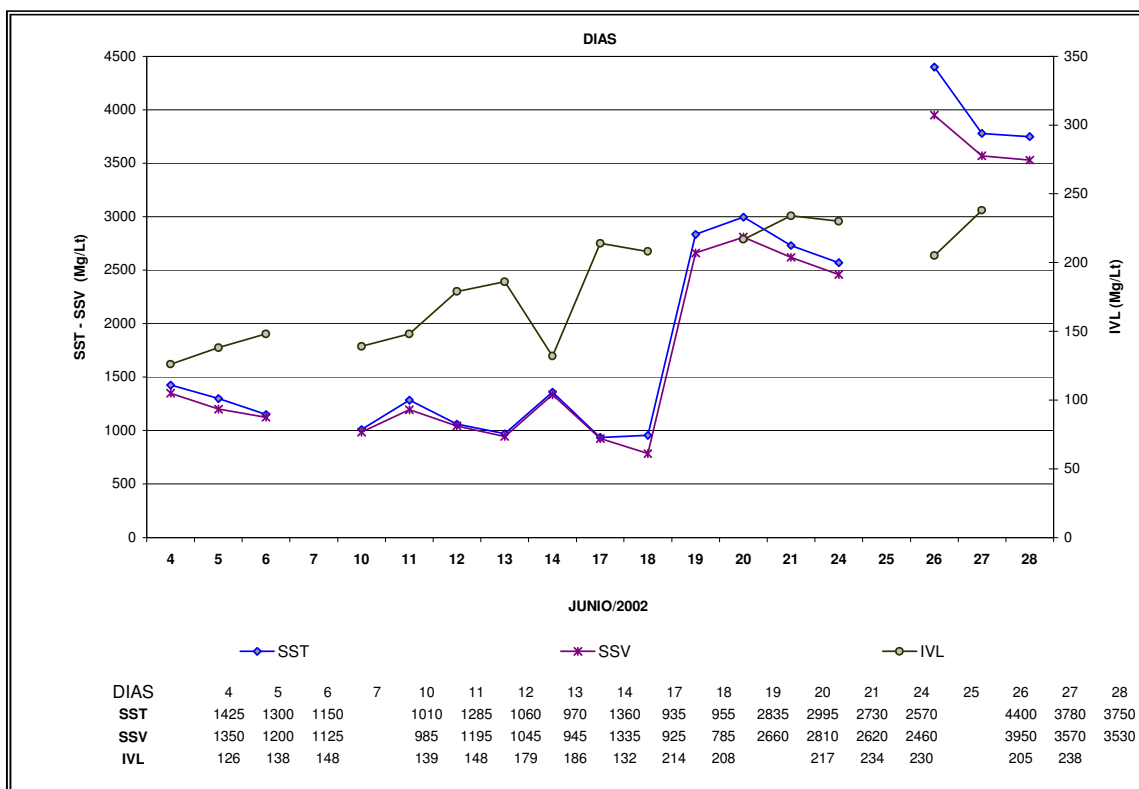


Figura 3.5 Comportamiento del Reactor Piloto.

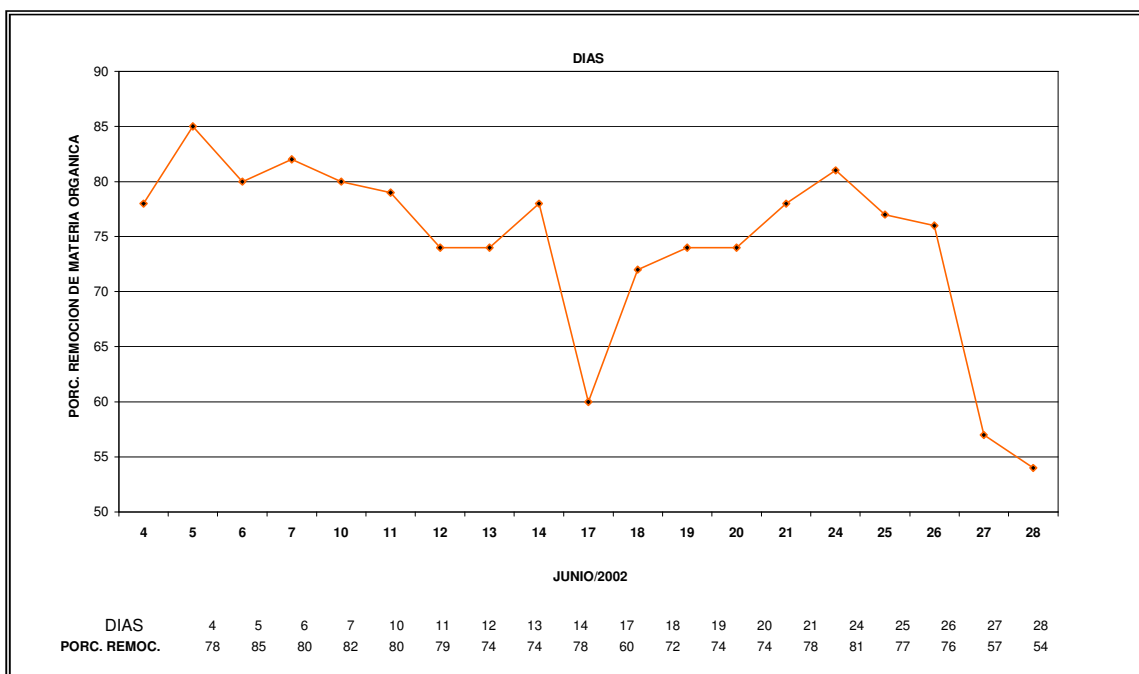


Figura 3.6. Porcentaje de remoción de materia orgánica.

JULIO DEL 2002.

Durante este mes se tuvieron problemas en el sistema, se observó un efluente turbio, los microorganismos que realizaban el proceso de depuración de esta agua se vieron afectados y eso nos indicó que hubo una variación en el influente que influyó en las concentraciones de la carga orgánica.

Al realizársele un análisis microscópico al lodo se encontraron algas filamentosas, lo que indicó que teníamos un lodo de mala calidad. Estos microorganismos producen un lodo esponjoso el cual no sedimenta rápidamente además de que ocupa mucho volumen después de asentado en el fondo. Estos lodos se presentan debido a oxígeno disuelto y pH bajo.

Esto ocasionó que en este mes se suspendieran los análisis programados, los cuales fueron puestos en marcha nuevamente cuando se obtuvieron las nuevas condiciones de operación en el reactor piloto.

AGOSTO DEL 2002.

En este mes se alimentó un influente de alta carga orgánica, el sistema operó eficientemente al obtenerse como resultado un efluente de muy baja carga orgánica.

En cuanto a las pruebas de índice volumétrico de lodos en las gráficas se pudo observar que existieron cambios diariamente. Esto nos indica que el proceso biológico recibía variaciones en las características de las aguas residuales, concentración de contaminantes, lo que afectaba a los microorganismos presentes en los lodos activados. Los altos valores que se reportan en algunos períodos originaron que se tuviera un lodo esponjoso con muy pobre sedimentabilidad, esto es debido al influente con alta carga orgánica. Los días del 10 al 19 no se realizaron análisis de sólidos totales y volátiles debido a fallas en equipo de laboratorio.

En relación a la remoción de materia orgánica se observó que existió una pequeña variación, esto se debió a que los microorganismos se estaban adaptando al influente de alta carga orgánica.

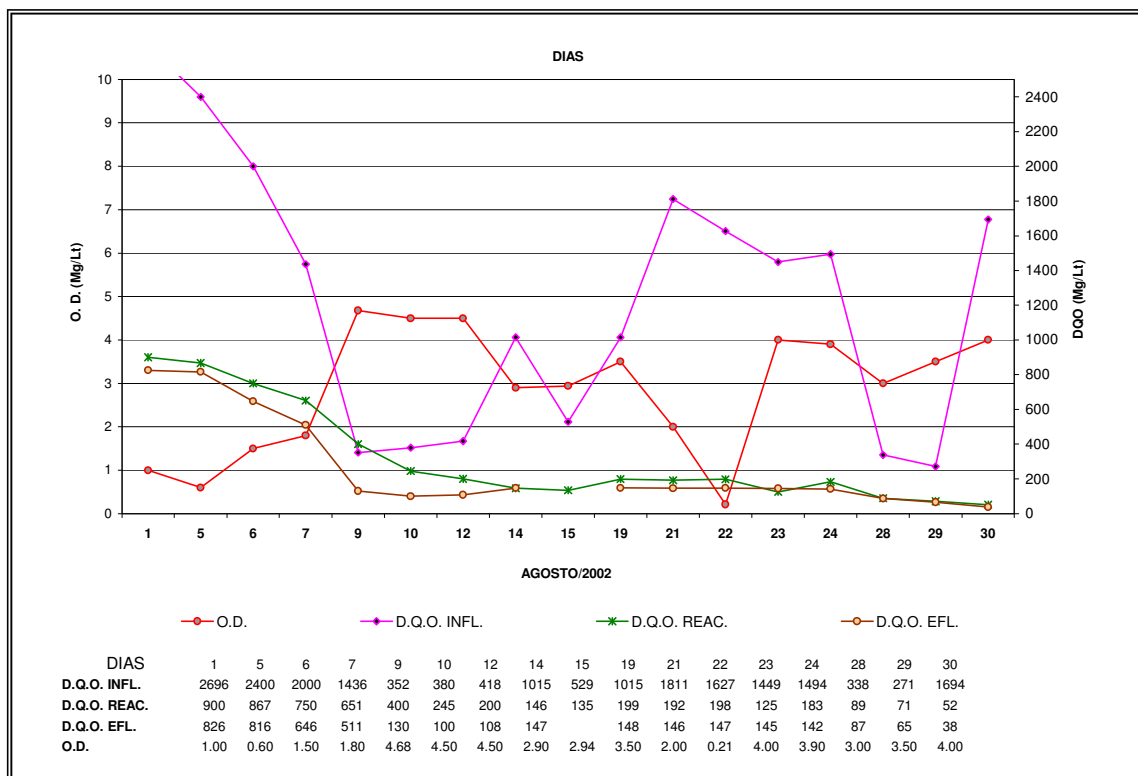


Figura 4.7. Comportamiento del Reactor Piloto.

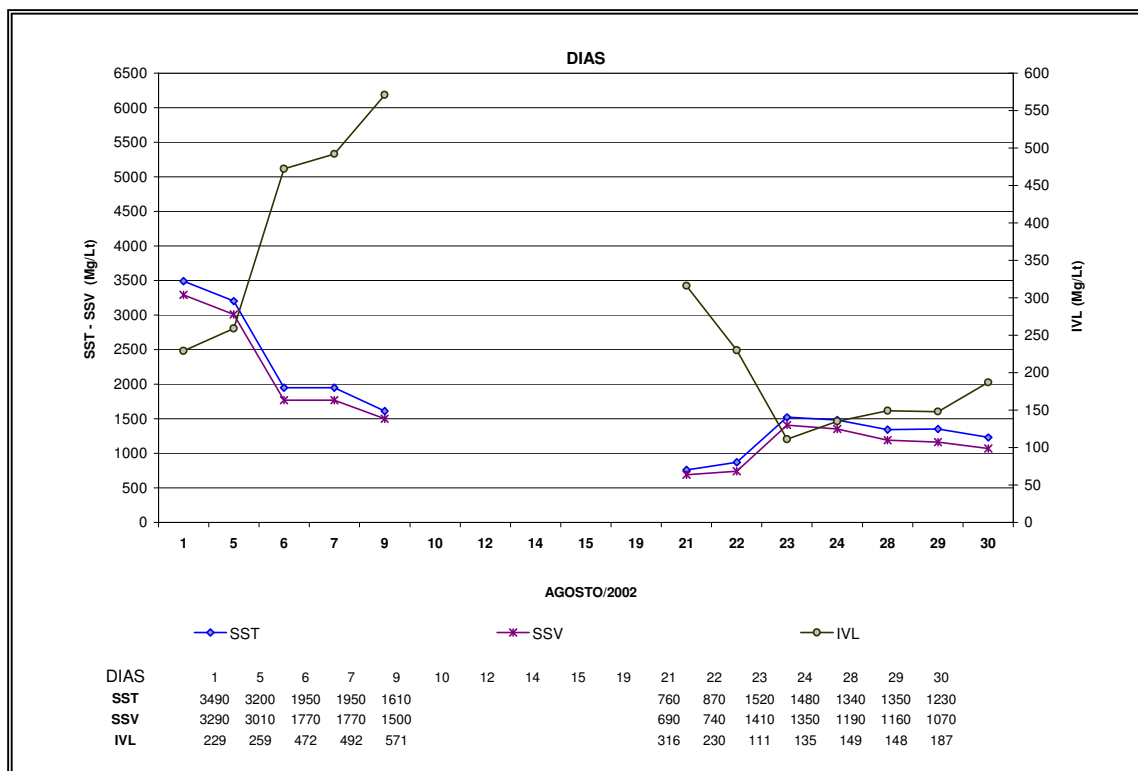


Figura 4.8. Comportamiento del Reactor Piloto

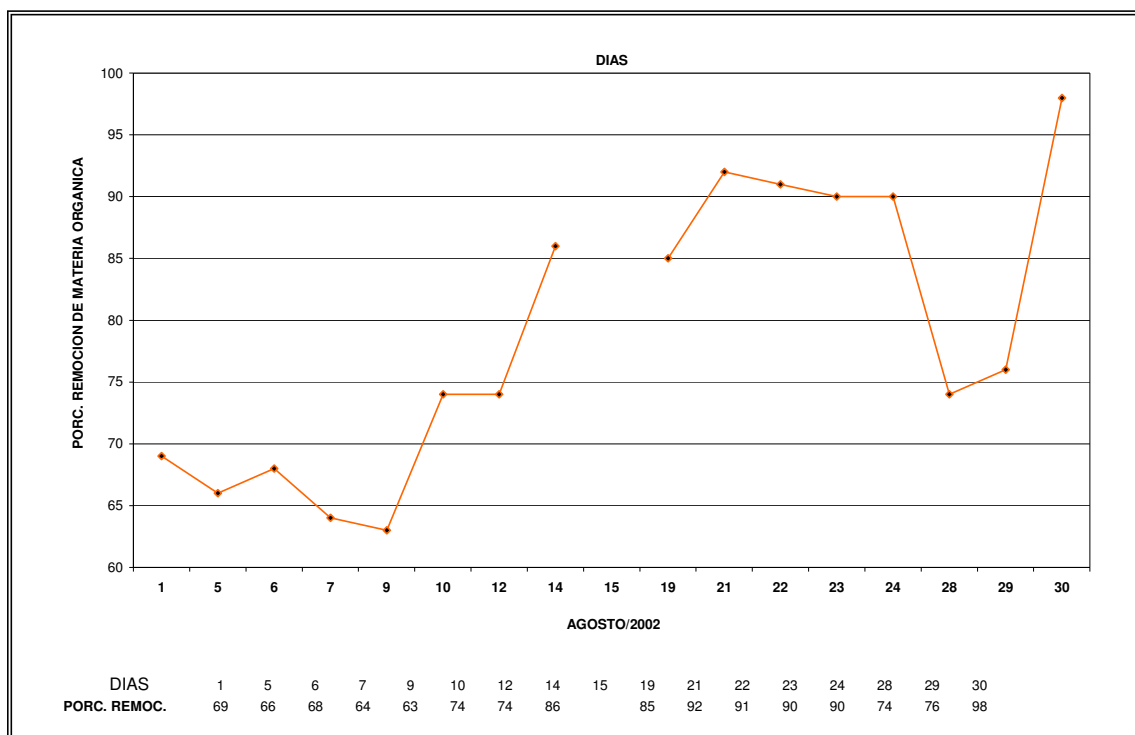


Figura 4.9. Porcentaje de remoción de materia orgánica.

SEPTIEMBRE DEL 2002.

En este mes el reactor piloto seguía operando de manera eficiente, las causas que originaron anteriormente problemas o descontrol al sistema estaban controladas, por lo tanto se obtuvo un efluente con mínima carga orgánica, debido a que los microorganismos ya se habían adaptado completamente y soportaban las variaciones del influente en cuanto a la carga orgánica.

Se observó que la remoción de materia orgánica en comparación con los meses anteriores aumentaba obteniéndose un promedio del 90%. En cuanto al oxígeno disuelto se pudo establecer un rango óptimo de operación y los sólidos se mantenían en valores constantes.

Este fue el último mes de análisis del sistema de lodos activados a nivel piloto, concluyendo así con el programa de muestreo y análisis.

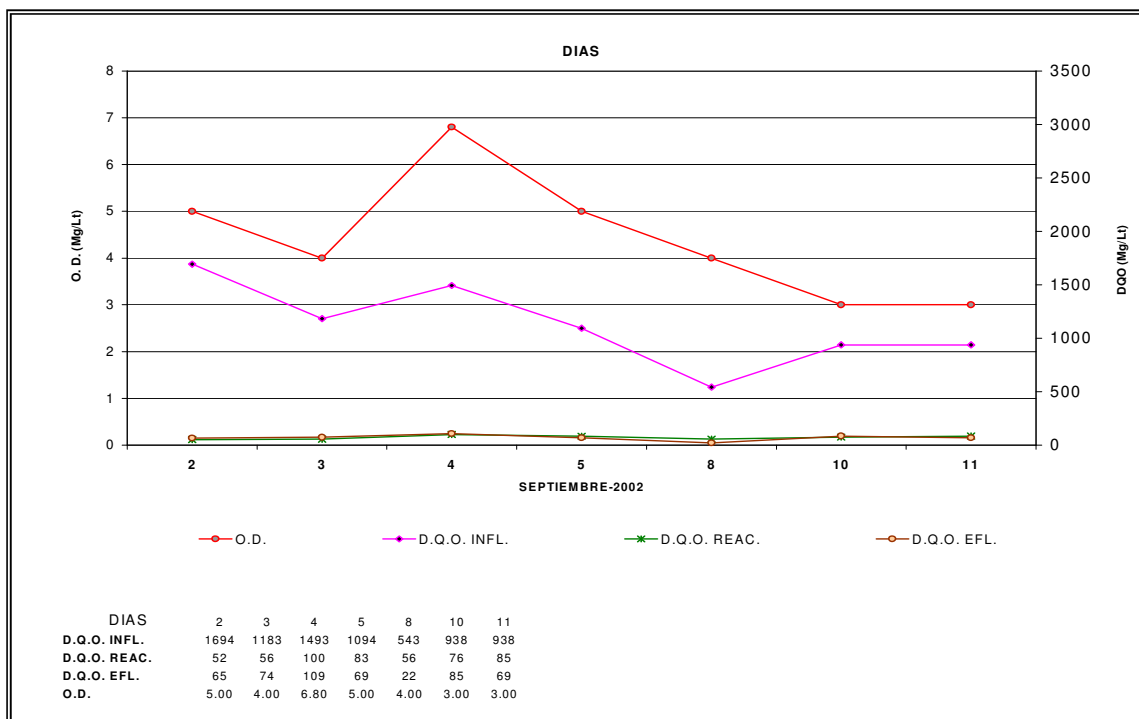


Figura 4.10. Comportamiento del Reactor Piloto.

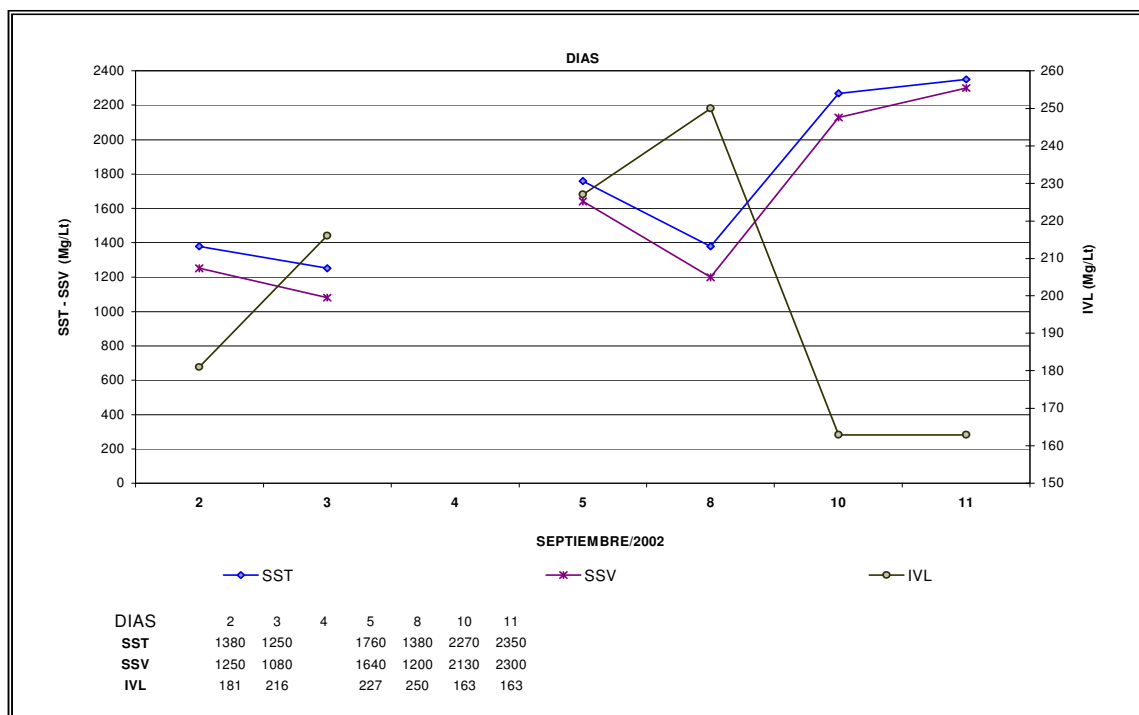


Figura 4.11. Comportamiento del Reactor Piloto.

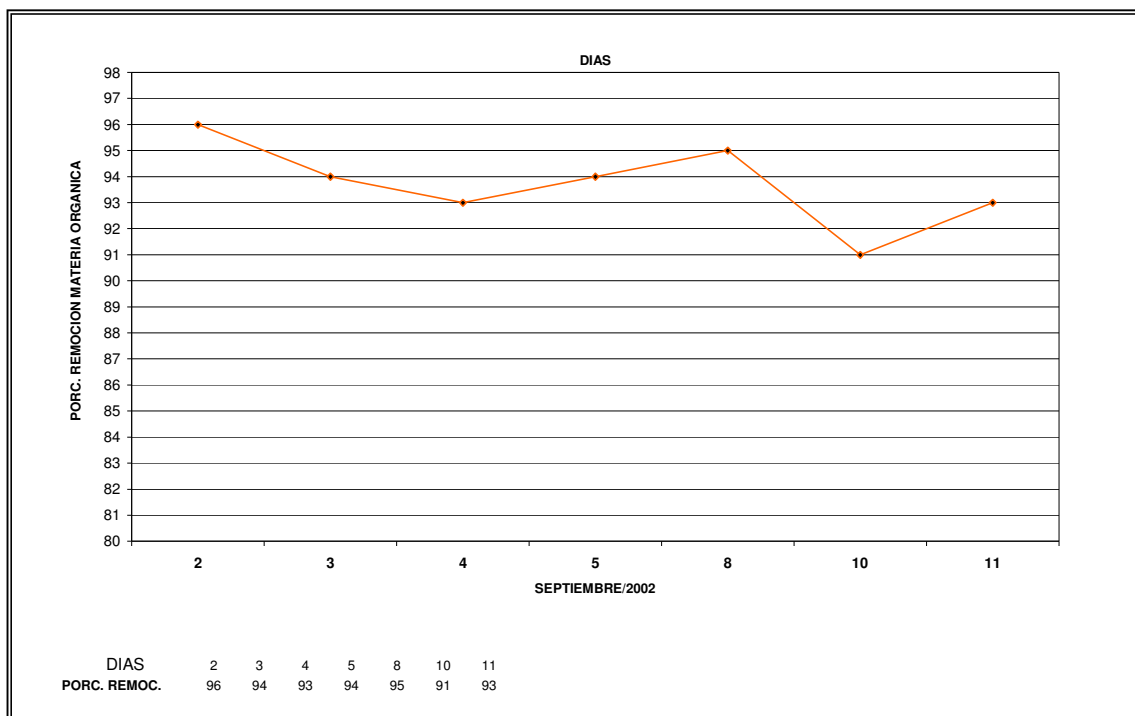


Figura 4.4C. Porcentaje de remoción de materia orgánica.

A este sistema microescala de lodos activados también se le adicionaba nutrientes como nitrógeno y fósforo los cuales tienen la función de servir de alimento a los microorganismos para sobrevivir y degradar la materia orgánica.

* NOTA.- Los días que no se realizaron los análisis correspondientes, se debió a que en el laboratorio donde se realizaban no estaban disponibles los equipos para realizar dichos análisis debido a la carga de trabajo del laboratorio.

Conclusiones y Recomendaciones

Del trabajo de experimentación con un Sistema de Lodos Activados para conocer el grado de la biodegradación del agua residual de Petroquímica Morelos S.A. de C.V., se pudieron tomar las siguientes consideraciones:

⊕ Para obtener datos representativos y confiables que pudieran servir de referencia para controlar el sistema de lodos activados se tuvo especial cuidado en el muestreo como: las muestras recolectadas se tomaron en puntos donde las aguas residuales estaban bien mezcladas; las muestras deben ser analizadas tan pronto como sean tomadas debido a que la bacteria presente en el agua continúa su acción de degradación, por lo que por ningún motivo se debe retener por mas de una hora, si esto es necesario deberá preservarse enfriándose con hielo, ya que al enfriar la muestra se retarda la acción bacteriana. Si no se satisface esta condición los resultados obtenidos serán engañosos ocasionando que se tenga un mal control del sistema.

⊕ El oxígeno disuelto además de ser indispensable para que los microorganismos permanezcan activos y realicen su actividad de biodegradación, previene malos olores en el sistema. En relación a la aireación, se observó que cuando se tenían valores bajos de O.D. (0.6 - 1 mg/l) parte de los sólidos se sedimentaba dentro de la zona de aireación produciendo malos olores; en el caso contrario cuando se tenían altos valores de O.D (5 – 7 mg/l) se observó que el exceso de aire no permitía la formación de flóculos de los sólidos dando como resultado una pobre sedimentación en la zona de clarificación, así como la presencia de lodos en la superficie de la zona de aireación. Por lo tanto el rango óptimo de operación en el sistema piloto fue 2 a 5 mg/l; para que se pudieran mantener estos valores se tuvo especial cuidado de que el difusor no estuviera roto o sucio, además de un buen ajuste de la válvula de alimentación de aire.

⊕ Los sólidos son de gran importancia para evaluar la eficiencia del tratamiento; por tal motivo para que se tuviera una buena concentración de ellos se requirió de un control operacional cuidadoso de recirculación de lodos para tener la concentración necesaria u óptima para producir un efluente de buena calidad. Los valores que se manejaron en el reactor piloto para que este operara eficientemente y diera buenos resultados fueron: Sólidos Suspendidos Totales 3000 a 1500 mg/l y Sólidos Suspendidos Volátiles 2500 a 1000 mg/l. La formación de éstos en el tanque de aireación se verificaba con la prueba de índice volumétrico de lodos (IVL) y con el análisis microscópico de los MLSS.

⊕ Mediante la prueba del IVL se determinaba la calidad de sedimentación del lodo observándose que cuando se tenían valores entre 100 - 200 ml/mg se obtenía un lodo con buena calidad de sedimentación. A su vez este dato se utilizaba para determinar la recirculación y/o purgado de lodos.

⊕ El análisis microscópico de los MLSS fue fundamental para evaluar la calidad del lodo, la existencia de poblaciones de microorganismos en el licor mezclado sirvieron como referencia para conocer el lodo era de buena calidad y por lo tanto conocer si había un buen tratamiento del agua residual.

⊕ El cuanto al purgado de lodos este era necesario para que el proceso biológico se mantuviera en condiciones estables. La principal diferencia en el principio de operación entre este reactor a escala piloto y el de la escala real es que no se realiza el purgado de lodo continuo en la unidad piloto. El purgado de lodo en el caso de la planta a escala real es necesario para mantener una concentración constante de SSVLM una vez que se hayan alcanzado las condiciones de equilibrio. Por lo tanto con el fin de alcanzar este objetivo se determinaba periódicamente la concentración de sólidos en el reactor y se extraía de forma manual el exceso de lodos, con el fin de mantener siempre la misma concentración de SSVLM.

⊕ Algunas causas del descontrol del sistema piloto de lodos activados y algunas de las medidas que se pueden tomar para solucionar estos problemas, se enlistan a continuación:

Problemas	Medidas de control
Espuma color café espesa	Reducir el desecho de lodos activados mediante purgas de manera lenta y gradual. Mantener una buena recirculación. Controlar la tasa de aire en la zona de aireación.
Espuma blanca	Revisar la presencia de detergentes y proteínas en el influente. Vigilar las descargas de tóxicos. Reducir el desecho de lodo para aumentar la concentración de SSV. Controlar la tasa de aireación (1-3 mg/l)
pH bajo (ácido)	Adicionar ligeramente sosa, hasta obtener un pH neutro.

Problemas	Medidas de control
Generación de lodos filamentosos. (Abultamiento de lodo). IVL altos.	Adicionar cuidadosamente cloro (20 ml diarios) teniendo mucho cuidado en la dosis ya que también se pueden eliminar los microorganismos deseables; además de la observación microscópica de los lodos para verificar su eliminación. Mejorar las condiciones ambientales para los microorganismos. (Sedimentación pobre). Si hay mucho lodo en el sistema, el exceso tiene que ser desechado. Revisar que la temperatura no sea elevada. Revisar el pH que se mantenga en 7.
Rompimiento de floculos	Revisar la concentración de oxígeno disuelto (1-3 mg/l), una sobreaireación los rompe.
Malos olores	Revisar la concentración de oxígeno disuelto. Revisar el tiempo de retención del lodo.

⊕ Al controlar los parámetros y variables de control se logró obtener buenos resultados en cuanto a la remoción de la materia orgánica, ya que durante toda la experimentación se obtuvo una remoción promedio del 82%.

⊕ Por lo tanto la eficiencia y el control del proceso de lodos activados depende de la interacción de las variables del proceso, como los residuos orgánicos, los tipos particulares de microorganismos y de las condiciones: oxígeno disuelto, temperatura, pH, carga hidráulica, etc.; así como también que los parámetros principales de control de un proceso de lodos activados son: DBO, DQO, SSLM, SSVLM, OD, IVL. Por otro lado al controlar la temperatura y el pH en el influente, el proceso biológico puede protegerse de las condiciones ambientales, ya que el descontrol de estas condiciones causa la inhibición o muerte a los microorganismos presentes en el sistema de tratamiento.

Bibliografía

- (1) Comisión Nacional del Agua. Manual de diseño de agua potable, alcantarillado y saneamiento en México. Septiembre 1994.
- (2) Departamento de Sanidad del Edo. de Nueva York. Manual de Tratamiento de Aguas Negras. Edit. Limusa, México 1994.
- (3) Eckenfelder, W.W. & J.L. Musterman, 1995. Activated sludge treatment of industrial wastewater. Technomic Publishing Co., INC Lancaster, Pennsylvania; USA.
- (4) FAIR-GEYE. Purificación de Agua y Tratamiento y Remoción de Aguas Residuales. Edit. Limusa-Noriega. México 1996.
- (5) LOPEZ, M. V. Tratamiento Biológico de Aguas Residuales en Prospectiva de la Biotecnología en México. Ed. CONACYT. México 1981.
- (6) METCALF & EDDY. Ingeniería Sanitaria: Tratamiento, Evacuación y Reutilización de Aguas Residuales. Edit. McGraw Hill. México 1996.
- (7) Ramalho, R.S., 1991. Tratamiento de Aguas Residuales. Edit. Reverté S.A. Barcelona, España.
- (8) SERGIO A MARTINEZ D. Apuntes sobre el Diseño de Procesos Biológicos para el Tratamiento de Aguas Residuales. Agosto 2003.
- (9) WINKLER MICHAEL. Tratamiento Biológico de Aguas de Desecho. Edit. Limusa, México 1986.

Anexos

Apéndice I.

Tablas de datos obtenidos.

Tabla No. 1. Datos correspondientes al mes de Mayo de 2002.

FECHA		INFLUENTE					REACTOR								EFLUENTE		
		Qo	t _{rh}	So (DQO)	Ph	TEMP	SST	SSV	Se (DQO)	pH	TEMP	O.D.	H/IVL	IVL	Se (DQO)	pH	TEMP
		ml/día	días	mg/lt		°C	mg/lt	mg/lt	mg/lt		°C	mg/lt	ml	ml/gr	mg/lt		°C
Mi	15-may	S/F	--	215	5,00	23	3660	3370	208	7,40	22	7,20	250	68	200	7,40	22
Ju	16-may	2,16	4,40	215	5,00	23	3190	2570	68	7,45	21	7,50	--	--	63	7,46	21
Vi	17-may	2,16	4,40	318	5,03	24	3000	2800	35	7,46	22	7,40	240	80	35	7,46	22
Lu	20-may	No se realizaron análisis por problemas en el reactor.															
Ma	21-may	No se realizaron análisis por problemas en el reactor.															
Mi	22-may	1,08	8,80	260	5,00	23	1265	1240	53	7,40	22	6,00	130	103	55	7,40	22
Ju	23-may	1,08	8,80	294	5,00	23	985	975	51	7,46	21	7,00	120	122	56	7,46	20
Vi	24-may	1,08	8,80	164	5,00	24	1140	1045	51	7,47	22	7,00	140	123	46	7,45	22
Lu	27-may	1,08	8,80	190	4,50	24	815	810	84	6,70	23	6,60	120	147	50	7,10	23
Ma	28-may	1,08	8,80	446	4,46	26	870	865	87	6,50	24	6,60	150	172	50	7,00	25
Mi	29-may	1,08	8,80	446	4,46	28	--	--	87	6,46	27	6,60	--	--	--	6,46	26
Ju	30-may	2,16	4,40	448	4,46	28	930	905	91	--	--	6,60	160	172	43	--	--
Vi	31-may	2,16	4,40	450	4,50	29	875	850	91	6,60	27	6,80	--	--	102	7,00	27

COMENTARIOS:

Influente Agua de Apagado.

Curva de DQO: A=0.0029523809 , B=0.0004420238

NOTAS:

15-may Sin influente; sólo aereación.

23-may TOC Reactor = 48 mg/lt

28-may TOC Reactor = 57 mg/lt

Tabla No. 2. Datos correspondientes al mes de Junio de 2002.

FECHA		INFLUENTE					REACTOR								EFLUENTE		
		Qo	t _{rh}	So (DQO)	Ph	TEMP	SST	SSV	Se (DQO)	pH	TEMP	O.D.	H/IVL	IVL	Se (DQO)	pH	TEMP
		ml/día	días	mg/l		°C	mg/l	mg/l	mg/l		°C	mg/l	ml	ml/gr	mg/l		°C
Ma	04-jun	2,16	4,40	450	4,50	24	1425	1350	120	6,75	23	4,10	180	126	97	6,75	23
Mi	05-jun	2,16	4,40	389	5,00	24	1300	1200	90	6,60	23	4,00	180	138	57	6,80	23
Ju	06-jun	2,16	4,40	418	5,33	26	1150	1125	68	6,63	25	4,40	170	148	88	6,84	25
Vi	07-jun	2,16	4,40	544	5,00	26	--	--	124	6,30	25	4,10	140	--	97	6,96	25
Lu	10-jun	2,16	4,40	364	5,40	27	1010	985	119	6,09	28	6,10	140	139	72	6,19	28
Ma	11-jun	2,16	4,40	389	4,46	28	1285	1195	92	5,37	28	1,15	190	148	81	5,20	27
Mi	12-jun	2,16	4,40	389	4,96	28	1060	1045	93	7,64	28	2,50	190	179	99	7,60	28
Ju	13-jun	2,16	4,40	360	5,15	28	970	945	88	7,09	29	3,00	180	186	93	7,02	28
Vi	14-jun	2,16	4,40	460	4,45	26	1360	1335	101	6,81	28	3,50	180	132	101	6,60	28
Lu	17-jun	2,16	4,40	320	4,65	25	935	925	95	6,60	26	4,00	200	214	128	6,50	26
Ma	18-jun	2,16	4,40	385	4,60	25	955	785	95	6,06	26	4,40	199	208	106	6,10	26
Mi	19-jun	2,16	4,40	387	5,05	25	2835	2660	90	7,82	26	4,40	--	--	101	7,75	26
Ju	20-jun	2,16	4,40	491	5,59	26	2995	2810	128	7,84	27	2,00	650	217	128	7,90	27
Vi	21-jun	2,16	4,40	433	4,68	26	2730	2620	100	7,46	27	1,00	640	234	95	7,35	27
Lu	24-jun	2,16	4,40	440	4,74	28	2570	2460	119	7,59	28	2,80	590	230	84	7,88	28
Ma	25-jun	2,16	4,40	485	4,70	28	--	--	93	7,70	28	2,80	--	--	113	7,80	28
Mi	26-jun	2,16	4,40	535	4,62	28	4400	3950	146	8,18	28	3,00	900	205	128	8,03	28
Ju	27-jun	2,16	4,40	497	4,60	27	3780	3570	163	8,00	28	3,50	900	238	212	8,00	28
Vi	28-jun	2,16	4,40	300	4,80	27	3750	3530	154	7,70	27	3,80	--	--	137	8,00	27

COMENTARIOS:

Influente Agua de Apagado.

Curva de DQO: A=0.004083742 , B=0.000452281

NOTAS:

03-jun TOC reactor = 56 mg/lit

11-jun TOC entrada= 97 mg/lit ; TOC salida = 23 mg/lit

14-jun DBOs entrada= 148 mg/lit ; DBOssalida= 10 mg/lit

17-jun DQO volátil => Influyente = 320 ; Reactor = 79 ; Efluente = 95.

28-jun DBOs entrada= 107 mg/lit ; DBOssalida= 12 mg/lit

Tabla No. 3. Datos correspondientes al mes de Agosto de 2002.

FECHA		INFLUENTE					REACTOR								EFLUENTE		
		Qo	t _{rh}	So (DQO)	Ph	TEMP	SST	SSV	Se (DQO)	pH	TEMP	O.D.	IVL	H/IVL	Se (DQO)	pH	TEMP
		ml/dia	dias	mg/ltr		°C	mg/ltr	mg/ltr	mg/ltr		°C	mg/ltr	ml/gr	ml	mg/ltr		°C
Ju	01-ago	2,88	3,30	2696	7,00	29	3490	3290	900	7,90	28	1,00	229	800	826	7,00	26
Lu	05-ago	1,06	8,96	2400	7,11	28	3200	3010	867	7,06	28	0,60	259	830	816	7,00	24
Ma	06-ago	4,32	2,20	2000	7,40	30	1950	1770	750	7,40	28	1,50	472	920	646	7,30	29
Mi	07-ago	2,88	3,30	1436	7,80	29	1950	1770	651	7,70	29	1,80	492	960	511	7,70	28
Vi	09-ago	1,915	4,96	352	10,20	29	1610	1500	400	7,84	28	4,68	571	920	130	8,03	28
Sa	10-ago	2,88	3,30	380	6,80	30	--	--	245	7,70	30	4,50	--	664	100	7,80	29
Lu	12-ago	1,83	5,19	418	6,85	29	--	--	200	7,87	28	4,50	--	624	108	7,90	28
Mi	14-ago	1,83	5,19	1015	8,05	29	--	--	146	7,41	28	2,90	--	--	147	7,80	28
Ju	15-ago	1,83	5,19	529	8,08	29	--	--	135	7,59	28	2,94	--	380	--	8,00	28
Lu	19-ago	2,16	4,40	1015	7,60	28	--	--	199	7,25	21	3,50	--	--	148	7,42	28
Mi	21-ago	2,16	4,40	1811	7,16	28	760	690	192	6,84	27	2,00	316	240	146	7,00	27
Ju	22-Ago*	2,16	4,40	1627	6,90	28	870	740	198	7,27	28	0,21	230	200	147	7,40	28
Vi	23-ago	3,16	3,01	1449	6,85	28	1520	1410	125	7,63	27	4,00	111	168	145	7,52	27
Sa	24-ago	4,67	2,03	1494	5,67	28	1480	1350	183	7,10	26	3,90	135	200	142	7,20	26
Mi	28-ago	4,0	2,38	338	5,17	28	1340	1190	89	7,41	27	3,00	149	200	87	7,30	27
Ju	29-ago	4,0	2,38	271	4,88	28	1350	1160	71	7,10	27	3,50	148	200	65	7,08	27
Vi	30-ago	2,8	3,39	1694	6,50	28	1230	1070	52	7,41	27	4,00	187	230	38	7,02	27

* Curva nueva de DQO A = 0.0047813595, B = 0.000449986

Tabla No. 4. Datos correspondientes al mes de Septiembre de 2002.

FECHA		INFLUENTE					REACTOR							EFLUENTE			
		Qo	trh	So (DOO)	Ph	TEMP	SST	SSV	Se (DOO)	pH	TEMP	O.D.	IVL	H/IVL	Se (DOO)	pH	TEMP
		ml/dia	dias	mg/lt		°C	mg/lt	mg/lt	mg/lt		°C	mg/lt	ml/gr	ml	mg/lt		°C
Lu	02-sep	2,8	3,39	1694	6,50	28	1380	1250	52	7,56	27	5,00	181	250	65	7,60	27
Ma	03-sep	2,8	3,39	1183	5,87	28	1250	1080	56	7,42	28	4,00	216	270	74	7,45	28
Mi	04-sep	2,8	3,39	1493	5,49	28	--	--	100	7,49	27	6,78		310	109	7,65	27
Ju	05-sep	3,21	2,96	1094	5,23	28	1760	1640	83	7,21	27	5,00	227	400	69	7,20	27
Lu	08-sep	3,21	2,96	543	5,24	28	1380	1200	56	6,86	27	4,00	250	345	22	7,20	27
Mi	10-sep	4,032	2,36	938	4,94	28	2270	2130	76	6,64	28	3,00	163	370	85	6,62	28
Ju	11-sep	4,032	2,36	938	4,77	28	--	--	85	7,17	28	3,00		270	69	7,48	28

* Curva nueva de DQO A = 0.0047813595, B = 0.000449986

Apéndice II.

Técnicas de Muestreo.

Metodología para la determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno al quinto día y a 20° C en aguas.

Material y Equipo.

- Botellas winkler de vidrio de 300 mililitros.
- Matraz erlenmeyer de 250 mililitros.
- Pipetas volumétricas de 1 a 100 mililitros clase “A”
- Garrafón de plástico.
- Estufa con control de temperatura.
- Matraz volumétrico de 1000 mililitros clase “A”
- Espátula.
- Balanza analítica con lectura mínima de 0.0001 gramos.
- Vaso de precipitado de 50, 100, 250 y 500 mililitros.
- Pizeta.
- Incubadora con control de temperatura a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.
- Línea de aire con trampa, manguera y difusor.
- Contratapa de politetrafluoroetileno u otro material plástico para botella winkler.
- Bureta de 25 mililitros.
- Desecador.
- Potenciómetro.
- Barra magnética.
- Agitador magnético.

Reactivos y Soluciones

- Ácido clorhídrico 1:1.
- Solución amortiguadora de fosfatos.
- Solución de sulfato de magnesio.
- Solución de cloruro de calcio.
- Solución de cloruro férrico.

- Solución de hidróxido de sodio 0.1N.
- Solución de ácido sulfúrico 0.1N.
- Solución de tiosulfato de sodio 0.025N aproximadamente
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Solución indicadora de almidón.
- Solución de sulfato manganoso.
- Solución alcalina de yoduro-azida de sodio.
- Solución de sulfito de sodio.
- Agua destilada o desmineralizada.
- Glucosa grado patrón primario.
- Ácido glutámico grado patrón primario.
- Cápsulas de polyseed (inóculo).
- 2 - cloro - 6 - (triclorometil) piridina.

Procedimiento

A) Método de dilución.

- 1.- Preparar agua de dilución diariamente. Calcular la cantidad de agua de dilución, dependiendo del número de muestras, efectuando 3 diluciones diferentes como mínimo para cada muestra.
- 2.- En un garrafón agregar el agua destilada o desmineralizada a 20°C, que se utilizará y adicionará por cada litro de agua 1 mililitro de las siguientes soluciones:
 - A) Solución amortiguadora de fosfato.
 - B) Solución de sulfato de magnesio.
 - C) Solución de cloruro de calcio.
 - D) Solución de cloruro férrico.
- 3.- Airearla durante 60 minutos por lo menos con una corriente generosa de aire a través de un difusor inmerso en el agua con un filtro previamente instalado en la línea.

- 4.- Las diluciones recomendadas son las siguientes:

Tipo de desecho	DBO5 (mg/l) Estimada	Vol. de muestra por cada 300 ml de agua de dilución. (% de dilución)
Desecho industrial concentrado (entrada a Birreactores).	500 A 5000	0.1 A 1 ml
Aguas residuales domesticas	100 A 500	1 A 5 ml
Efluentes tratados (salida de reactores, clarificadores, pileta de estabilización y efluente)	20 A 100	5 A 25 ml
Aguas de río contaminadas	5 A 20	25 A 100 ml

- 5.- **Pretratamiento de las muestras.**- Neutralizar las muestras, control de agua dilución, control inóculo (siembra) y control estándar.
- 6.- Si la muestra contiene cloro residual, volver a tomar otra muestra antes del proceso de cloración o eliminar el cloro y sembrar con inóculo. No se deben analizar muestras cloradas sin sembrar el agua de dilución. En algunas muestras el cloro desaparece en el lapso de 1 a 2 horas de su exposición a la luz. Para las muestras en las que el residuo de cloro no se disipe en un tiempo razonablemente corto, eliminar el cloro residual añadiendo solución de sulfito de sodio. Mezclar y después de 10 a 20 minutos comprobar el cloro residual de la muestra.
- 7.- Si la muestra se sobresatura con un oxígeno disuelto mayor de 9 miligramos puede tratarse de agua fría o agua donde se produce la fotosíntesis. Se recomienda reducir el oxígeno disuelto calentando la muestra hasta lograr una temperatura de 20°C en recipientes parcialmente llenos, mientras se agitan con fuerza o se airean con aire limpio y filtrado.
- 8.- Todas las muestras deben mantenerse a 20°C, antes de hacer diluciones.
- 9.- Cuando se analizan efluentes de un proceso de tratamiento biológico y aguas pluviales se recomienda inhibir la nitrificación, adicionando 0.003 gramos de

2-cloro-6(triclorometil) piridina, por cada frasco de 300 mililitros o añádase 0.01gramos por cada litro de agua de dilución.

- 10.- La dilución ideal de la muestra es aquella en la que al menos hay 1 mg/l de oxígeno disuelto residual y una captación (consumo) de oxígeno disuelto de al menos 2 mg/l, después de 5 días de incubación a 20°C.
- 11.- Añádase el agua de dilución a 2 frascos winkler (estos deben de tener el volumen de la muestra de acuerdo a la tabla) cuidando de no arrastrar aire, tapar herméticamente con un sello hidráulico y colocarles la contratapa de politetrafluoroetileno para evitar la evaporación del sello hidráulico, incubar el segundo frasco winkler a 20°C durante 5 días y al primero analizarle el oxígeno disuelto inicial.

B) Inoculación:

- 12.- Cuando la muestra contiene muy pocos microorganismos como resultado de la cloración, temperaturas elevadas, pH extremos o drenajes químicos, el agua de dilución debe ser inoculada.
- 13.- Utilice una suspensión de inóculo comercial preparando la solución de la siguiente manera:
 - Hidratar el contenido de una cápsula en un volumen de 250 mililitros de agua de dilución durante 4 horas, con permanente aireación y a temperatura ambiente.
 - Posteriormente después de aireación de 4 horas, esperar sedimentar por 10 minutos.
 - Se tomará únicamente el sobrenadante de la solución para las siembras.
 - El volumen que se ocupará para inóculo por winkler será de 1 mililitro (adicionar este volumen a todos los frascos que requieran inoculación y el mismo volumen será para control de inóculo y control estándar).
- 14.- Seguir paso número 11.

C) Método directo

- 15.- Se emplea en las muestras, en que el DBO en 5 días no excede los 7 mg/l.

- 16.- Llevar la muestra a 20°C y airear durante 30 minutos.
- 17.- Neutralizar la muestra si es necesario a un pH de 6.5 a 7.5.
- 18.- Llenar 2 frascos winkler con la muestra, dejando que se derrame, de igual manera que no arrastre aire, tapar herméticamente con un sello hidráulico e incubar un frasco a 20°C durante 5 días y analizar el oxígeno disuelto inmediatamente al segundo frasco.

D) Procedimiento para la Determinación del Oxígeno Disuelto inicial (DBO) y Oxígeno Disuelto Final al quinto día (DBO₅).

- 19.- Determinar el oxígeno disuelto por la técnica de modificación de azida del método yodométrico el cual aplica especialmente en muestras que no contengan mas de 50 miligramos de nitritos por litro y no mas de 1 miligramo de fierro por litro. Esta medición debe ser realizada inmediatamente después de destapar la botella winkler para evitar la absorción del oxígeno del aire por la muestra.
- 20.- Agregar 2 mililitros de la solución sulfato manganoso y agregar 2 mililitros de la solución alcalina de yoduro-azida de sodio. Ambas soluciones se deben agregar por debajo de la superficie del líquido.
- 21.- Se coloca el tapón con cuidado para evitar burbujas dentro del frasco, agitando varias veces por inversión, se deja que sedimente el precipitado hasta aproximadamente dos tercios de la altura del frasco.
- 22.- Se destapa cuidadosamente el frasco, agregando 2 mililitros de ácido sulfúrico concentrado, dejando que este escurra por el cuello del frasco, se tapa nuevamente y se agita por inversión hasta que la disolución del precipitado sea completa.
- 23.- Se deja reposar 5 minutos y se toma un volumen de 100 mililitros y se procede a titular con tiosulfato de sodio 0.025 N hasta un color amarillo pálido.
- 24.- Adicionar gotas de solución de almidón (da una coloración azul), se continúa la titulación hasta la primera desaparición del color azul, se anotan los mililitros de tiosulfato gastado. La titulación se realiza por triplicado para cada frasco winkler.

- 25.- Cuando haya en la muestra interferencias de color o presencia de sustancias oxidantes y reductoras, se recomienda usar el método electrométrico, debiéndose apegar al instructivo del fabricante del equipo.

E) Controles para la Demanda Bioquímica de Oxígeno:

- 26.- **Control del blanco del agua de dilución.**- Es un indicador del blanco de agua de dilución como un control aproximado de la calidad del agua de dilución no sembrada y de la limpieza de los frascos de incubación.
- 27.- **Control del agua de dilución.**- Este es un indicador de la calidad del agua de dilución y no debe de exceder de 0.2 mg/l de oxígeno, en caso que sea mayor, obtenga el agua de otra fuente o mejore la purificación.
- 28.- Para obtener el DBO del agua de dilución, seguir el paso 11, exclusivamente con agua de dilución y los pasos del 19 al 25.
- 29.- **Control de inóculo.**- Nos determina la calidad de la población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable de la muestra. El consumo del oxígeno disuelto total del agua de dilución inoculada debe oscilar entre 0.6 y 1.0 mg/l.
- 30.- Para obtener el DBO de control de inóculo seguir los pasos número 11 exclusivamente inóculo mas agua de dilución, paso 13 y del 19 al 25.
- 31.- **Control estándar.** - Debido a que la prueba de DBO es un bioensayo, sus resultados pueden verse influidos en gran medida por la presencia de sustancias toxicas o por el uso de un material de inóculo de baja calidad, es por ello que debe de comprobarse la calidad del agua de dilución, la efectividad del inóculo y la técnica analítica, mediante determinaciones de la DBO en compuestos orgánicos puros para ello se puede utilizar una mezcla de 150 mg/l de glucosa y 150 mg/l de ácido glutámico diluidos en agua como solución patrón. Esta solución tiene una DBO_5 de 198 mg/l y se prepara inmediatamente antes de usarla de la siguiente manera:

- Séquese la glucosa y ácido glutámico a 103°C durante una hora, enfriar en desecador a temperatura ambiente aproximadamente durante 30 minutos.
- En un vaso de precipitados de 50 mililitros pesar aproximadamente y con precisión 0.15 gramos de glucosa y 0.15 gramos de ácido glutámico y diluir con agua destilada o desmineralizada y transferir a un matraz volumétrico de 1000 mililitros. Aforar y agitar 2 horas mínimo para hacer homogénea la solución.
- Adicionar 6 mililitros a cada frasco winkler de la solución patrón y determinar el DBO₅, seguir pasos 11, 13 y del 19 al 25.
- Para este estándar de 198 mg/l el DBO promedio en 5 días a 20°C será de 167.5 a 228.5 mg /l.

F) Cálculos

32.- La concentración de oxígeno disuelto (método yodométrico) debe calcularse con la siguiente fórmula:

$$\text{mg/l O}_2 = \frac{a * N * \text{Meq} * 10^6}{b}$$

Donde:

- a = Volumen del tiosulfato de sodio en mililitros a1 – a2 (a1 corresponde al gasto inicial y a2 al del quinto día)
- b = Volumen corregido de muestra usados = 98.7 mililitros
- N = Normalidad del tiosulfato de sodio.
- meq = Miliequivalente del oxígeno = 0.008

NOTA: Los 98.7 mililitros es el volumen corregido por el desplazamiento de los reactivos agregados a la botella tipo winkler.

33.- Determinación del DBO₅ directo

$$\text{mg/l DBO}_5 = D1 - D2$$

Donde:

- D1 = Oxígeno disuelto inicial de la muestra.
- D2 = Oxígeno disuelto final de la muestra después de 5 días de incubación a 20°C.

- 34.- Determinación del DBO₅ por el método de dilución.-
- NOTA : Cuando el agua de dilución no esta inoculada

$$\text{mg/l DBO}_5 = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

* El resultado final de esta determinación se le resta el consumo del control de agua.

- 35.- Determinación del DBO₅ por el método de dilución
-NOTA: Cuando el agua de dilución ha sido inoculada

$$\text{mg/l DBO}_5 = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) F}{P}$$

Donde:

D1 = Oxígeno disuelto inicial de la muestra.

D2 = Oxígeno disuelto final de la muestra después de 5 días de incubación.

B1 = Oxígeno disuelto inicial del inóculo.

B2 = Oxígeno disuelto final del inóculo después de 5 días de incubación.

F = Proporción del inóculo en la muestra diluida con respecto a del control
de inóculo = (% de inóculo en la muestra diluida) / (% de inóculo en el
control de inóculo)

P = % de dilución de la muestra en decimales.

Condiciones específicas.

- 1.- Las muestras deben preservarse en refrigeración a 4°C y analizarse antes de 24 horas.
- 2.- Para lavar todo el material utilizado, se deberá remojar durante 1 hora en una solución de ácido sulfúrico al 10% (diluir un volumen de ácido concentrado en 9 volúmenes de agua) y enjuagar con agua.
- 3.- Para determinación de DBO₅ las muestras deberán ser previamente filtradas o centrifugadas.

- 4.- Valorar el tiosulfato cada vez que se utilice para la determinación de oxígeno disuelto.
- 5.- El agua destilada o desmineralizada que se utilice debe tener un pH de 5.0 a 8.0 y una conductividad de 5.0 max microsiemens/cm a 25°C.

Referencia.

NMX-AA-012-SCFI-2001

NMX-AA-028-SCFI-2001

Metodología para llevar a cabo la Determinación de la Demanda Química de Oxígeno por el método de reflujo cerrado.

Material y Equipo

- Tubos de ensaye.
- Pipetas graduadas de 5 mililitros.
- Espectrofotómetro.
- Reactor de digestión.
- Gradilla.

Reactivos y Soluciones

- Solución de digestión.
- Solución de ácido sulfúrico-sulfato de plata.
- Agua destilada o desmineralizada.

Procedimiento.

- 1.- Encender el reactor de digestión y precalentarlo a 150°C.
- 2.- Colocar los tubos de ensaye dentro de una gradilla y prepararlos para el análisis.
- 3.- Con una pipeta graduada medir 2.5 mililitros de muestra y vaciarlos a cada vial.
- 4.- Adicionar con una pipeta 1.5 mililitros de solución digestora.
- 5.- Con otra pipeta adicionar 3.5 mililitros de solución ácido sulfúrico-sulfato de plata, hay que tener mucho cuidado al adicionar este reactivo, se puede proyectar. Tapar el tubo de ensaye y agitar bien.
- 6.- Preparar un “blanco” utilizando 2.5 mililitros de agua destilada o desmineralizada, y adicionar la misma cantidad de reactivos utilizados en la muestra. Colocar la muestra

y el blanco en el reactor de digestión durante 2 horas. Esto se ajusta con la perilla del reactor.

- 7.- Transcurrido el tiempo, sacar los tubos de ensaye y colocarlos en una gradilla y dejar que se enfríen a temperatura ambiente.
- 8.- Encender el espectrofotómetro 5 minutos antes de usarse, ajustar a cero de absorbancia con el blanco a una longitud de onda de 620 nm.

Condiciones específicas.

- 1.- Tener precaución con los tubos de ensaye en el proceso de digestión.
- 2.- El agua destilada o desmineralizada que se utilice para preparar esta solución debe tener un pH de 5.00 a 8.00 y una conductividad de 5.0 máximo microsiemens/cm a 25°C.

Referencia.

NMX-AA-030-SCF1-2001

Metodología para la Determinación de Grasas y Aceites en aguas por el método Soxhlet.

Material y Equipo.

- Embudo buchner de 10.5 centímetros de diámetro interno.
- Matraz kitazato de 1000 mililitros.
- Vidrio de reloj de 15 centímetros de diámetro.
- Pinzas forceps.
- Dedales de extracción.
- Desecador.
- Papel filtro de poro fino de 15 centímetros de diámetro.
- Vasos de precipitado de 100 y 250 mililitros.
- Matraz de extracción de 250 mililitros.
- Pizeta.
- Equipo de extracción soxhlet.
- Balanza analítica con precisión de 0.1 miligramos mínimo.
- Bomba de vacío marca millipore o similar.
- Multiparrilla eléctrica o similar.
- Estufa eléctrica capaz de mantener 103-105°C
- Estufa de vacío.

Reactivos y Soluciones

- Suspensión de tierra de diatomeas-sílice o tierra sílice al 1 %.
- Hexano grado industrial.
- Ácido clorhídrico 1:1 o ácido sulfúrico 1:1

Procedimiento

- 1.- Dentro de un embudo buchner colocar papel filtro de poro medio. Humedecer el papel por medio de una pizeta con agua destilada o desmineralizada. Presionar las orillas del papel filtro usando las pinzas.

- 2.- Utilizando la bomba de vacío, pasar 100 mililitros de suspensión de tierra de diatomeas-sílice o tierra-sílice al 1% a través del papel filtro. Lavar con 100 mililitros aproximadamente de agua destilada o desmineralizada. Suspender el vacío hasta que toda el agua haya sido filtrada (verificar que el filtro se humedezca totalmente).
- 3.- Desechar el agua del matraz kitazato utilizada en la preparación del filtro.
- 4.- Tomar el pH de la muestra para verificar que se encuentre acidificada, en caso de no encontrarse un pH menor de dos, adicionar ácido clorhídrico 1:1 o ácido sulfúrico 1:1.
- 6.- Pasar la cantidad de muestra acidificada a través del filtro preparado aplicando vacío y recibiendo el agua en un matraz kitazato de 1 litro.
- 7.- Con ayuda de unas pinzas forceps sacar el papel filtro del embudo buchner y colocarlo sobre un vidrio de reloj. Con trozos de papel filtro impregnados con hexano limpiar el embudo, el frasco y la tapa del recipiente colector, teniendo cuidado de transferir todas las capas de grasa formadas y de recoger todo el material sólido.
- 8.- Utilizando las pinzas forceps enrollar el papel filtro y los pedazos de papel filtro que se utilizaron en la limpieza del embudo y del recipiente colector e introducirlos al cartucho de extracción, evitando el contacto del material con las manos o con cualquier posible contaminante.
- 9.- Colocar el dedal de extracción en un vaso de precipitado previamente identificado y llevarlo a una estufa eléctrica para secarlo durante 30 minutos a 103-105°C.
- 10.- La cantidad de muestra filtrada debe ser medida en una probeta graduada de un litro para cuantificar su volumen.
- 11.- Colocar el dedal en la cámara de extracción del equipo soxhlet.
- 12.- Al matraz de extracción de 250 mililitros que previamente se puso a peso constante (w), se le adicionan 150 mililitros de hexano.

- 13.- Ensamblar el equipo de extracción soxhlet y colocarlo en la parrilla eléctrica para efectuar el reflujo de la muestra.
- 14.- Abrir la válvula de la línea de agua que alimenta al refrigerante del equipo soxhlet.
- 15.- Dejar el reflujo durante cuatro horas a partir del primer ciclo de recirculación, controlando las condiciones de temperatura hasta que proporcione un ciclo cada 3 minutos aproximadamente (20 ciclos por hora).
- 16.- Una vez terminado el tiempo de reflujo se procede a evaporar el hexano que queda en el matraz de extracción en una estufa de vacío a 60 – 65°C durante una hora.
- 17.- Pasar el matraz de extracción libre de disolvente a un desecador durante 30 minutos. Pesar el matraz para obtener el peso final (w_{final}) y determinar la concentración de grasas y aceites.
-Nota: utilizar pinzas metálicas para manipular el matraz.
- 18.- Correr un blanco en las mismas condiciones que se recomiendan para la muestra con agua destilada o desmineralizada, (una vez por día).
- 19.- Si el blanco contiene residuos, deberá restarse este a la cantidad de grasas y aceites obtenida.
- 20.- Realizar los cálculos de los mg/l de grasas y aceites que contiene la muestra de la siguiente forma:

$$\text{GRASAS Y ACEITES} = \frac{(W_{\text{FINAL}} - W) \cdot 1000000}{\text{Mililitros de muestra}}$$

DONDE:

W = Peso constante del matraz vacío en gramos.

W_{FINAL} = Peso final del matraz con muestra en gramos.

Condiciones Específicas

- 1.- Para obtener el peso constante del matraz de deberá realizar lo siguiente: introducirlo a una estufa a 103 – 105°C. Por una hora y a continuación enfriarlo en un desecador durante 30 minutos. Se repite el procedimiento hasta que entre uno y otro peso la diferencia sea de ≤ 0.0005 gramos, se tomará el último peso como peso constante.
- 2.- Identificar la muestra en el vidrio de reloj o vaso de precipitado de 100 mililitros, pero nunca marcar el cartucho de extracción.
- 3.- No usar muestras compuestas para la determinación.
- 4.- El método es recomendable dentro de un intervalo de 5 a 1000 mg/l de grasa. El límite práctico de cuantificación es de 5 mg/l siempre y cuando se utilice un litro de muestra y se deberá reportar el resultado como < 5 mg/l si el resultado calculado da valores abajo de este valor.
- 5.- Si la muestra no se analiza inmediatamente, mantenerla en refrigeración a 4°C y con ácido clorhídrico 1:1. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.
- 6.- 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.

Referencia

NMX-AA-005-SCFI-2000

Establecer la metodología para la determinación de Sólidos Suspendidos Totales y Sólidos Suspendidos Volátiles en aguas.

Material y Equipo.

- Balanza analítica.
- Crisol gooch.
- Filtro de fibra de vidrio estándar de 47 milímetros de diámetro y 2 micras de tamaño de poro.
- Desecador.
- Mufla eléctrica capaz de mantener una temperatura de 823°K (550°C)
- Estufa eléctrica con control de temperatura capaz de mantenerla de 376 a 378°K (103 a 105°C).
- Termómetro.
- Equipo de filtración millipore o similar.
- Pinzas.
- Bomba de vacío millipore o similar.
- Pizeta.
- Matraz kitazato de 1 litro.
- Equipo usual de laboratorio.

Reactivos y Soluciones.

- Agua destilada o desmineralizada.

Procedimiento

A) Sólidos Suspendidos Totales

- 1.- Colocar el disco de fibra de vidrio con la cara rugosa hacia arriba dentro del crisol gooch y este en el aparato de filtrado. Hágase el vacío y lávese el disco con agua destilada aproximadamente con 60 mililitros dejando que drene totalmente. Suspender el vacío.

- 2.- Llevar el crisol a masa constante en la mufla a una temperatura de $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$ durante 15 o 20 minutos.
- 3.- Sacar el crisol, colocarlos en un desecador y dejar enfriar hasta temperatura ambiente (aproximadamente durante 30 minutos).
- 4.- Encender la balanza analítica y tarar a 0.0000.
- 5.- Colocar en el platillo de la balanza el crisol gooch y tomar lectura del peso en gramos. Anotar la primera lectura obtenida (p_1).
- 6.- Realizar del paso 2 al 5 para obtener una segunda lectura y si es necesario una tercera lectura hasta que la pérdida de peso sea menor 0.5 miligramos entre tres pesadas sucesivas.
- 7.- Colocar el crisol con el disco de fibra de vidrio en el aparato de filtración y aplicar vacío.
- 8.- Humedecer el disco con agua.
- 9.- Medir 100 mililitros de la muestra previamente homogenizada, con una probeta graduada.
- 10.- Vertir la muestra al medio filtrante que previamente ha sido puesto a peso constante (p_1).
- 11.- Filtrar la muestra con la bomba de vacío a través del disco y aún aplicando vacío, lavar el disco tres veces con 10 mililitros de agua, dejando que el agua drene totalmente a cada lavado.

- 11.- Suspender el vacío y secar el crisol en la estufa a una temperatura de 376 a 378°K (103 a 105°C) durante 1 hora. Sacar el crisol, dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su masa (p2).
- 12.- El contenido de sólidos suspendidos totales se calcula con la siguiente fórmula:

$$SST = \frac{P2 - P1}{V} * 1000$$

SST = Sólidos suspendidos totales en mg/l.

V = Volumen de la muestra.

B) Sólidos Suspendidos Volátiles

- 13.- Para conocer el contenido de sólidos suspendidos volátiles, se procede de la siguiente manera:
- 14.- El crisol contenido con el residuo y el disco se introducen a la mufla a una temperatura de $823 \pm 25^{\circ}\text{K}$ ($550 \pm 25^{\circ}\text{C}$) durante 15 o 20 minutos.
- 15.- Sacar el crisol y dejar enfriar en el desecador a temperatura ambiente.
- 16.- Determinar su masa (P3).
- 17.- El contenido de sólidos suspendidos volátiles se calcula con la siguiente expresión:

$$SSV = \frac{P2 - P3}{V} * 1000$$

SSV = Sólidos suspendidos volátiles en mg/l.

V = Volumen de la muestra.

Condiciones Específicas.

- 1.- Eliminar de las muestras las partículas gruesas flotantes o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos.
- 2.- Para las muestras ricas en sólidos disueltos, lávese meticulosamente el filtro para asegurar la eliminación del material disuelto.
- 3.- Siempre y cuando las muestras se mantengan a 4°C, el tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 horas posteriores a su colecta. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

Referencia

NMX-AA-034-SCFI-2001.

Establecer la metodología para la determinación en aguas de Sólidos Sedimentables

Material y Equipo

- Cono de sedimentación tipo imhoff.
- Gradilla.
- Agitador largo de vidrio.
- Reloj.
- Recipiente para muestra de vidrio o polietileno de un litro de boca ancha.

Procedimiento

- 1.- Mezclar cuidadosamente la muestra original a fin de asegurar una distribución homogénea de sólidos suspendidos a través de todo el cuerpo del líquido.
- 2.- Inmediatamente llenar con esta el cono de sedimentación hasta el aforo de un litro y dejar reposar durante 45 minutos para que se asienten las partículas, una vez transcurrido ese tiempo, agitar suavemente los lados del cono con un agitador o por rotación para que se sedimenten los sólidos adheridos a las paredes y dejar reposar la muestra otros 15 minutos.
- 3.- Tomar la lectura de sólidos sedimentables en el cono imhoff directamente y reportarlos en mililitros por litro (ml/l).

Condiciones Específicas.

- 1.- Siempre y cuando las muestras se mantengan a 4°C el tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 horas posteriores a su colecta. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

Referencia

NMX-AA-004-SCFI-2000.

Metodología para llevar a cabo la determinación del Nitrógeno Total en aguas residuales.

Material y Equipo.

- Matraz kjeldahl de 800 mililitros.
- Matraz erlemmeyer de 500 mililitros.
- Vaso de precipitados de 600 mililitros.
- Pipetas volumétricas de 25 y 50 mililitros clase "A"
- Probeta graduada de 50 mililitros.
- Bureta digital de 50 mililitros.
- Equipo de destilación y digestión.
- Potenciómetro.

Reactivos y Soluciones.

- Solución amortiguadora de boratos.
- Solución de hidróxido de sodio 6N
- Solución de ácido bórico.
- Solución indicadora mixta.
- Solución ácido sulfúrico-sulfato mercúrico-sulfato de potasio.
- Solución indicadora de fenolftaleína.
- Solución de hidróxido de sodio-tiosulfato de sodio.
- Ácido sulfúrico 0.02N
- Agua destilada o desmineralizada.

Procedimiento.

A) Nitrógeno Amoniacal.

- 1.- Medir 500 mililitros de muestra, en un vaso de precipitados de 600 mililitros, en caso necesario efectuar las diluciones que se requieran aforando a 500 mililitros con agua destilada o desmineralizada. Preparar un blanco con 500 mililitros de agua destilada o desmineralizada y darle el mismo tratamiento que a la muestra.

- 2.- Añadir, con una pipeta volumétrica, 25 mililitros de la solución amortiguadora de boratos y ajustar el pH a 9.5 con solución de hidróxido de sodio 6N, utilizando un potenciómetro.
- 3.- Transferir la solución a un matraz kjeldahl de 800 ml.
- 4.- Conectar el matraz al equipo de destilación y destilar la muestra, cuidando que la temperatura del condensador no pase de 29°C, recolectando el destilado en 50 mililitros de la solución de ácido bórico contenida en un matraz erlenmeyer de 500 mililitros. La punta del tubo del refrigerante deberá quedar sumergida en la solución de ácido bórico.
- 5.- La destilación se completa cuando se hayan recolectado, aproximadamente 300 mililitros del destilado, incluyendo los 50 mililitros de la solución de ácido bórico.
- 6.- Retirar el matraz erlenmeyer del equipo y titular el destilado con la solución de ácido sulfúrico 0.02 N hasta un vire de verde esmeralda a color lila.
- 7.- Anotar los mililitros gastados de ácido sulfúrico, tanto en el blanco como en la muestra.

B) Nitrógeno Orgánico.

- 1.- Dejar enfriar el residuo contenido en el matraz kjeldahl, producto de la destilación. Añadir 50 ml. de la solución de ácido sulfúrico - sulfato mercúrico - sulfato de potasio.
- 2.- Conectar el matraz al equipo de digestión. Calentar la mezcla en el matraz kjeldahl a una temperatura que no exceda de 371°C. Hasta que los gases de SO₃ (vapores blancos) sean eliminados y la solución se torne incolora o amarillo pálido. A partir de este momento mantener el calentamiento durante 20 minutos más.
- 3.- Dejar enfriar el residuo contenido en el matraz kjeldahl. Añadir 300 mililitros de agua destilada y 5 gotas de la solución indicadora de fenolftaleína.

- 4.- Sostener el matraz en posición ligeramente inclinada y agregar mediante una probeta 50 mililitros de solución de hidróxido de sodio - tiosulfato de sodio; dejando que la solución escurra por las paredes del matraz y sin mezclar hasta que el matraz de digestión sea conectado al equipo de destilación (se formarán 2 capas).
- 5.- Una vez conectado el matraz al equipo de destilación agitar ligeramente para mezclar y verificar la alcalinidad de la solución de acuerdo al 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 la coloración rosa.
- 6.- Destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 29°C.
- 7.- Recolectar el destilado en un matraz erlenmeyer de 500 mililitros conteniendo 50 mililitros de la solución de ácido bórico. La punta del tubo del refrigerante deberá quedar sumergida en la solución de ácido bórico.
- 8.- La destilación se completa cuando se hayan recolectado aproximadamente 300 mililitros del destilado, incluyendo los 50 mililitros de la solución de ácido bórico.
- 9.- Retirar el matraz erlenmeyer del equipo y titular con solución de ácido sulfúrico 0.02N hasta un vire de verde esmeralda a color lila.
- 10.- Anotar los mililitros gastados de ácido sulfúrico tanto en el blanco como en la muestra.

C) Cálculos.

El contenido de nitrógeno amoniacal o de nitrógeno orgánico se calcula mediante la siguiente formula:

$$\text{mg / l nitrógeno amoniacal = } \frac{(A - B) \times N}{V} \times 14 \times 1000$$

o nitrógeno orgánico

Donde:

A = Mililitros de ácido sulfúrico 0.02 N gastados en la muestra.

B = Mililitros de ácido sulfúrico 0.02 N gastados en el blanco.

N = Normalidad del ácido sulfúrico.

V = Mililitros de muestra.

14 = Equivalente del nitrógeno.

$\text{mg / l de nitrógeno total} = \text{Nitrógeno amoniacal en mg / l} + \text{Nitrógeno orgánico en mg / l}$

Condiciones Específicas.

- 1.- La digestión se debe efectuar bajo condiciones satisfactorias de ventilación y extracción de gases.
- 2.- El agua destilada o desmineralizada que se utilice para preparar esta solución debe tener un pH de 5.00 a 8.00 y una conductividad de 5.0 máximo microsiemens/cm a 25°C.

Referencia.

NMX-AA-026-SCFI-2001

Establecer la metodología para la determinación de Fósforo Total en agua.

Material y equipo.

- Vasos de precipitados de 250 mililitros.
- Probetas graduadas de 50 y 100 mililitros clase “A”
- Pipetas volumétricas de 1 y 5 mililitros.
- Matraces volumétricos de 50 y 100 mililitros clase “A”.
- Papel filtro.
- Parrilla eléctrica con control de temperatura.
- Espectrofotómetro de rango uv-visible o espectrofotómetro de rango visible.
- Campana de extracción.

Reactivos y Soluciones.

- Ácido sulfúrico concentrado.
- Ácido nítrico concentrado.
- Solución de vanadato-molibdato.
- Solución de hidróxido de sodio 6N.
- Solución indicadora de fenolftaleína.
- Agua destilada o desmineralizada.
- Ácido sulfúrico 1:1

Procedimiento

- 1.- Con una probeta graduada medir 100 mililitros de muestra y transferirlos a un vaso de precipitados de 250 mililitros.
- 2.- Adicionar con pipetas 1 mililitro de ácido sulfúrico concentrado y 5 mililitros de ácido nítrico concentrado.
- 3.- Colocar el vaso de precipitado en la parrilla y digerir la muestra durante 1 hora aproximadamente, hasta que se torne incolora y ya no desprenda humos blancos

(hasta un volumen de aproximadamente un mililitro). Dejar enfriar la muestra a temperatura ambiente.

- 4.- Adicionar 20 mililitros de agua destilada o desmineralizada, agregar una gota de indicador fenolftaleína y neutralizar con hidróxido de sodio 6N hasta el primer vire a rosa tenue. Si la muestra presenta turbidez, filtrarla.
- 5.- Transferir la muestra, a un matraz volumétrico de 100 mililitros, enjuagar el vaso de precipitado con agua destilada o desmineralizada y vaciar al matraz. Aforar el matraz volumétrico a la marca con agua destilada o desmineralizada.
- 6.- Efectuar al mismo tiempo y siguiendo el mismo procedimiento una prueba testigo con agua destilada o desmineralizada.
- 7.- Medir con una probeta graduada 35 mililitros de la muestra digestada y transferirlos a un vaso de precipitado de 250 mililitros. Determinar el pH y si este se encuentra entre 4 y 10 transferir la muestra a un matraz volumétrico de 50 mililitros.
- 8.- En caso de que el pH sea menor de 4 agregar 50 mililitros de agua desmineralizada y si el pH es mayor de 10 ajustar con ácido sulfúrico 1:1 para que este dentro del rango de 4 a 10.
- 9.- Si se ajusto el pH se procederá a calentar la muestra a ebullición durante una hora manteniendo el volumen entre 25 y 35 mililitros. Enfriar a temperatura ambiente y transferir la muestra a un matraz volumétrico de 50 mililitros.
- 10.- Añadir 10 mililitros del reactivo de vanadato-molibdato y diluir a la marca con agua destilada o desmineralizada agitando para homogenizar.
- 11.- Dejar reposar la muestra y el blanco durante 10 minutos y medir las absorbancias en el espectrofotómetro utilizando una longitud de onda de 420nm.
- 12.- Llenar primero la celda con el blanco enjuagándola unas dos veces con el mismo.

- 13.- Colocar la celda en el espectrofotómetro y leer el blanco. El equipo realizará el ajuste del cero.
- 14.- A continuación llenar la celda con la muestra enjuagándola varias veces con esta y tomar tres lecturas de absorbancia.
- 15.- De las tres lecturas de absorbancia realizar un promedio.
- 16.- Este promedio de absorbancia de la muestra llevarlo a la curva de calibración vigente para determinar la concentración, en microgramos, de fósforo en la muestra y mediante la siguiente formula calcular los mg/l de fósforo:

$$\text{mg/l de fósforo} = \frac{C}{V}$$

Donde:

C = Microgramos de fósforo leídos en la curva.

V = Volumen de muestra empleado en la determinación.

Condiciones Específicas.

- 1.- Para la limpieza del material de vidrio no utilizar detergente, enjuagarlo dos veces con agua acidulada con ácido clorhídrico 1:1 y luego dos o tres veces mas con agua desmineralizada.
- 2.- Para el análisis de las cámaras del biorreactor filtrar 35 mililitros de muestra y seguir la técnica, a excepción de que en el paso 5 se utilizara un matraz de 50 mililitros en lugar del de 100 mililitros. El reporte se realizara como mg/l de fósforo orgánico disuelto total.
- 3.- Realizar la digestión dentro de la campana de extracción.
- 4.- Si el equipo que se va a utilizar es el espectrofotómetro se realizará la siguiente secuencia:

- a) Encender el espectrofotómetro 15 minutos antes de leer las muestras.
- b) Con el selector de longitud de onda ajustar a 420 nm.
- c) Seleccionar la absorbancia.
- d) Con el selector de sensibilidad elegir alta, media o baja según en la que se haya corrido la curva.
- e) Llenar la celda con el blanco enjuagándola unas dos veces con el mismo.
- f) Colocar la celda en el espectrofotómetro y ajustar a 0.000 de absorbancia.
- g) Llenar otra celda con la muestra enjuagándola varias veces con esta.
- h) Colocar la celda conteniendo la muestra en el espectrofotómetro y anotar la lectura que aparece en la pantalla del equipo.
- i) Repetir 2 veces mas los pasos e), f), g) y h) para sacar las 3 lecturas que se requieren para realizar los cálculos

5.- El agua destilada ó desmineralizada que se utilice debe tener un pH de 5.0 a 8.0 y una conductividad de 5.0 max microsiemens/cm a 25°C.

Referencia.

NMX-AA-029-SCFI-2001

Procedimiento analítico para la determinación del Índice Volumétrico de Lodos.

Material y Equipo.

- Probeta graduada de 1000 mililitros.
- Cronómetro.

Procedimiento

- 1.- Llenar la probeta graduada hasta la marca con la muestra previamente agitada.
- 2.- Dejar sedimentar la muestra durante 30 minutos y anotar el dato del volumen ocupado por los lodos.

Cálculos

$$\text{IVL ml / mg} = \frac{\text{VOLUMEN DE LODO SEDIMENTADO} \cdot 1000}{\text{SST}}$$

Donde:

IVL = Índice volumétrico de lodos.

SST = Sólidos suspendidos totales.

Condiciones Específicas

- 1.- Un IVL de 100 mg / l o menos nos indica que el lodo tiene una buena sedimentación, (entre mas bajo sea el IVL el lodo es mas denso).
- 2.- Si el volumen del lodo sedimentado después de 30 minutos, es de 200 mililitros la calidad del efluente es buena.

Referencia.

Tratamiento de aguas residuales.

R.S. Ramalho.

Edit. Reverte S.A.