



# **Manual de pràcticas de laboratorio**

## **Evaluación de la calidad ambiental**

**María AV Pachés Giner**  
**Remedios Martínez Guijarro**  
**Daniel Aguado García**



EDITORIAL  
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

**Subido por:**



# **Interfase IQ**

**Libros de Ingeniería Química y más**



<https://www.facebook.com/pages/Interfase-IQ/146073555478947?ref=bookmarks>

**Si te gusta este libro y tienes la posibilidad,  
cómpralo para apoyar al autor.**



María Aguas Vivas Pachés Giner  
M<sup>a</sup> Remedios Martínez Guijarro  
Daniel Aguado García

# **MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO**

**EVALUACIÓN DE LA CALIDAD AMBIENTAL**

**EDITORIAL  
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA**

Colección *Académica*

Los contenidos de esta publicación han sido revisados por el Departamento de Ingeniería Rural y Agroalimentaria de la Universitat Politècnica de València

Para referenciar esta publicación utilice la siguiente cita:

Pachés Giner, María Aguas Vivas; Martínez Guijarro, M<sup>a</sup> Remedios; Aguado García Daniel (2017). *Manual de prácticas de laboratorio. Evaluación de la calidad ambiental*. Valencia: Editorial Universitat Politècnica de València

Primera edición, 2017 (versión impresa)  
primera edición, 2018 (versión electrónica)

© María Aguas Vivas Pachés Giner  
M<sup>a</sup> Remedios Martínez Guijarro  
Daniel Aguado García

© 2017, Editorial Universitat Politècnica de València  
*distribución:* [www.lalibreria.upv.es](http://www.lalibreria.upv.es) / Ref.: 6438\_03\_01\_01

ISBN: 978-84-9048-685-6 (versión impresa)  
ISBN: 978-84-9048-686-3 (versión electrónica)

La Editorial UPV autoriza la reproducción, traducción y difusión parcial de la presente publicación con fines científicos, educativos y de investigación que no sean comerciales ni de lucro, siempre que se identifique y se reconozca debidamente a la Editorial UPV, la publicación y los autores. La autorización para reproducir, difundir o traducir el presente estudio, o compilar o crear obras derivadas del mismo en cualquier forma, con fines comerciales/lucrativos o sin ánimo de lucro, deberá solicitarse por escrito al correo [edicion@editorial.upv.es](mailto:edicion@editorial.upv.es).

# ÍNDICE

<b>INTRODUCCIÓN</b>	1
<b>Capítulo 1 Normas de seguridad en un laboratorio de Calidad de Agua</b>	
1.1 Introducción.....	3
1.2 Normas básicas y generales de trabajo en laboratorios químicos.....	4
1.2.1. Normas higiénicas.....	4
1.2.2. Medidas de seguridad básicas.....	5
1.2.3. Actuaciones responsables.....	9
1.3 Buenas prácticas en el laboratorio.....	9
1.3.1. Manipulación y eliminación de los residuos generados.....	9
1.3.2. Fichas de Datos de Seguridad.....	11
<b>Capítulo 2 Parámetros Físicos del Agua</b>	
2.1 Introducción.....	13
2.1.1. Temperatura.....	13
2.1.2. Turbidez.....	14
2.1.3. Sólidos.....	14
2.2 Determinación de los parámetros físicos.....	15
2.2.1. Temperatura.....	15
2.2.2. Turbidez.....	16
2.2.3. Sólidos.....	17
2.2.3.1 Sólidos totales.....	17
2.2.3.2 Sólidos suspendidos.....	18
2.2.3.3 Fracción volátil y no volátil.....	20
2.2.3.4. Sólidos sedimentables.....	22
2.3. Resultados.....	24
<b>Capítulo 3 Parámetros Químicos (I) del Agua</b>	
3.1 Introducción.....	25
3.1.1. Conductividad eléctrica.....	26
3.1.2. pH.....	27
3.1.3. Oxígeno disuelto.....	27
3.2. Determinación de los parámetros químicos.....	28

3.2.1. Conductividad eléctrica.....	28
3.2.2. pH.....	29
3.2.3. Oxígeno Disuelto (OD).....	30
3.3 Resultados.....	32

## **Capítulo 4 Parámetros Químicos (II) del Agua**

4.1. Introducción.....	33
4.1.1. Nutrientes.....	33
4.1.2. Materia orgánica.....	35
4.2. Determinación de los parámetros químicos.....	35
4.2.1. Nutrientes.....	35
4.2.1.1. Nitrógeno.....	37
4.2.1.2. Fósforo.....	41
4.2.2. Materia orgánica.....	44
4.2.2.1. Demanda Química de Oxígeno (DQO).....	44
4.2.2.2. Demanda Biológica de Oxígeno (DBO).....	49
4.3. Resultados.....	57

## **Capítulo 5 Parámetros Biológicos del Agua**

5.1. Introducción.....	59
5.1.1. Clorofila.....	60
5.1.2. Biota.....	61
5.2. Determinación de los parámetros biológicos.....	62
5.2.1. Clorofila.....	62
5.2.2. Biota.....	64
5.3 Resultados.....	68

## **Capítulo 6 Calidad de Suelos**

6.1. Introducción.....	69
6.1.1. pH del suelo.....	69
6.1.2. Conductividad.....	71
6.1.3. Humedad del suelo.....	72
6.1.4. Densidad de un suelo.....	72

---

6.1.5. Textura de un suelo.....	73
6.2. Determinación de los parámetros físicos.....	75
6.2.1. pH del suelo.....	75
6.2.2. Conductividad eléctrica.....	76
6.2.3. Humedad del suelo.....	77
6.2.4. Densidad real.....	78
6.2.5. Textura de un suelo.....	80
6.3. Resultados.....	83
<b>Capítulo 7 Evaluación de la Calidad Ambiental del Aire</b>	
7.1. Introducción.....	85
7.2. Análisis de datos de calidad de aire.....	86
7.3. Otros parámetros estadísticos y validez de los cálculos.....	91
<b>Capítulo 8 Material e Instrumentación de Laboratorio</b>	
8.1. Introducción.....	93
8.2. Material e instrumentación de laboratorio.....	94
<b>Referencias Bibliográficas.....</b>	<b>107</b>



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Señalización de las salidas de emergencia.....	5
Figura 1.2. Elementos de seguridad ubicados en laboratorio.....	6
Figura 1.3. Pictogramas de seguridad.....	6
Figura 1.4. Forma correcta e incorrecta de llevar el cabello cuando se trabaja en el laboratorio.....	7
Figura 1.5. Elementos de protección: (a) guantes de protección térmica, (b) gafas de seguridad (c) mascarilla de gases.....	8
Figura 1.6. Forma correcta e incorrecta de coger las botellas de productos químicos.....	9
Figura 1.7. Contenedores para desechar los residuos NO peligrosos.....	10
Figura 1.8. Contenedores para desechar los residuos peligrosos.....	11
Figura 1.9. Secciones de las fichas de seguridad de las Fichas de Seguridad (FDS).....	11
Figura 2.1. Relaciones entre distintos tipos de sólidos.....	15
Figura 2.2. Funcionamiento de un turbidímetro.....	16
Figura 2.3. Evolución de la temperatura en el programa de calentamiento del horno-mufla .....	20
Figura 2.4. Cóno Imhoff.....	22
Figura 3.1. Conductímetro.....	28
Figura 3.2. pH-metro.....	29
Figura 3.3. Sonda de oxígeno.....	31
Figura 4.1. Ciclo del nitrógeno.....	34
Figura 4.2. Curva de calibración.....	37
Figura 4.3. Funcionamiento esquemático del espectrofotómetro de absorción UV-Vis.....	37
Figura 4.4. Clasificación de las distintas formas de nitrógeno.....	38
Figura 4.5. Clasificación de las distintas formas de fósforo.....	41
Figura 4.6. Material utilizado en la determinación de la DQO.....	46
Figura 4.7. Imágenes del procedimiento experimental para la determinación de la DQO: (a) adición de la disolución de $H_2SO_4/Ag_2SO_4$ (b) digestión ácida a $140^\circ C$ en condiciones de reflujo total y (c) adición del indicador ferroína.....	48
Figura 4.8. Evolución de la DBO con el tiempo.....	52

Figura 4.9. Imágenes del procedimiento experimental para la determinación de la DBO (a) botella con cabezal Oxitop® y Controlador para lectura de los valores de DBO (b) sistema respirométrico Oxitop en plataforma de agitación y (c) armario termostático para realizar DBO.....	54
Figura 5.1. Espectro de absorción de la clorofila <i>a</i> y la clorofila <i>b</i> .....	60
Figura 5.2. Estructura de la molécula de clorofila.....	61
Figura 5.3. Sistema de filtración al vacío: (a) Bomba y rampa de vacío; (b) Matraz Kitasato y embudo magnético.....	63
Figura 5.4. Partes de un microscopio óptico convencional.....	65
Figura 5.5. Preparación de una muestra.....	67
Figura 6.1. Esquema de la disponibilidad de nutrientes para distintos valores de pH del suelo.....	70
Figura 6.2. Esquema conceptual de una muestra de suelo con las distintas fases	72
Figura 6.3. Diagrama textural.....	74
Figura 7.1. Página web de la Red Valenciana de Vigilancia y Control de la Contaminación Atmosférica ( <a href="http://www.agroambient.gva.es/web/calidad-ambiental/red-valenciana-de-vigilancia-y-control-de-la-contaminacion-atmosferica">http://www.agroambient.gva.es/web/calidad-ambiental/red-valenciana-de-vigilancia-y-control-de-la-contaminacion-atmosferica</a> ).....	87
Figura 7.2. Comandos para ordenar los valores de una columna en Excel.....	89
Figura 7.3. Resultados del análisis de componentes principales aplicado sobre los valores medios anuales de 7 contaminantes atmosféricos en 10 estaciones de control el año 2014: (a) gráfico de los scores (b) gráfico de los pesos.....	91

## ÍNDICE TABLAS

Tabla 3.1. Valores típicos de conductividad.....	27
Tabla 4.1. Relación entre el volumen de muestra y la DBOL esperada.....	54
Tabla 6.1. Clasificación de los suelos según su pH.....	71
Tabla 6.2. Calificación de los suelos según su conductividad eléctrica.....	71
Tabla 6.3. Tamaños de las partículas y características en la clasificación hecha por el Departamento de Agricultura de Estados Unidos (USDA).....	73
Tabla 6.4. Densidad del agua líquida en función de la temperatura y a 1 atmósfera de presión.....	79
Tabla 7.1 Valores límite para las concentraciones de dióxido de azufre (SO <sub>2</sub> ) y de partículas sólidas de tamaño $\leq 10 \mu\text{m}$ (PM10) recogidos en el RD102/2011.....	88
Tabla 7.2 Exigencia de validez de los datos para considerar representativo el parámetro estadístico que se calcule.....	92



## INTRODUCCIÓN

La creciente preocupación por el medio ambiente y la necesidad de eliminar o minimizar los impactos de la contaminación hacen necesario que el profesional en la disciplina conozca cómo analizar, evaluar e interpretar la calidad del entorno que nos rodea en aras de una mejor gestión ambiental.

Para evaluar la calidad ambiental desde un punto de vista holístico han de ser estudiados, en primer lugar y de forma combinada, aspectos del medio acuático, edáfico y aéreo. Para ello, el aprendizaje de las técnicas analíticas que permiten la determinación y cuantificación de las concentraciones de contaminantes en cada uno de los compartimentos ambientales es esencial. Además, el conocer el fundamento de las técnicas analíticas permite una mayor seguridad en la discriminación de datos resultantes. Solo cuando estos datos son validados se puede proceder a la interpretación ambiental de los mismos.

El presente manual pretende servir de guía para la obtención experimental e interpretación de resultados de los principales parámetros de calidad ambiental que se analizan en un laboratorio de química ambiental. Se describe detalladamente tanto los procedimientos a seguir en un laboratorio como las principales técnicas analíticas utilizadas, y el material básico empleado.



# Capítulo 1

# Normas de Seguridad

# en el Laboratorio

## 1.1. Introducción

Las personas que acceden a un laboratorio químico deben saber que van a estar en contacto con procesos y productos químicos la mayoría de los cuales presentan un riesgo. Por tanto es sumamente importante conocer los procedimientos de trabajo y las normas básicas de comportamiento en un laboratorio, con el fin de evitar accidentes o situaciones de riesgo.

Para conocer los riesgos y las normas de trabajo en un laboratorio, se debe recibir en primer lugar, una formación general que introduzca los aspectos y las normas básicas de funcionamiento de un laboratorio. En esta formación se abordaran los siguientes contenidos:

- Riesgos que pueden presentarse durante la realización de las actividades profesionales o de formación
- Normas, precauciones y prohibiciones para evitar riesgos
- Equipos de protección individual y colectiva que es necesario utilizar
- Significado de los símbolos de marcado, frases de riesgo y normas de utilización que aparecen en los productos químicos; utilización de fichas de seguridad de productos
- Señalización, normas y dispositivos de emergencia y contra incendios
- Normas de actuación en casos de incidentes o emergencias
- Hábitos personales y de trabajo en el laboratorio

Un segundo tipo de formación va dirigido a situaciones más específicas relativas al desarrollo de las actividades concretas de un laboratorio. Este tipo de formación se proporciona mediante guiones por escrito de cada actividad o trabajo, advertencias de los riesgos que conllevan las tareas y los equipos e instalaciones a utilizar. Esta formación más concreta también incluye la peligrosidad de los productos que se van a manejar y un análisis conjunto del riesgo asociado a ellos así como el procedimiento a seguir en caso de que se materialice el riesgo.

Existe normativa que los trabajadores y personas en formación pueden consultar y que ayudan a conocer las medidas que deben adoptarse para la adecuada protección de la salud y seguridad así como medidas para aquellos riesgos que se presentan en un laboratorio químico.

En la Guía Laboral- La Prevención de riesgos laborales (2017) elaborada por el Ministerio de Empleo y Seguridad Social aparece toda la legislación vigente en esta materia (Ley 31/1995, de 8 de noviembre, de prevención de Riesgos Laborales; Real Decreto 485/1997, de 14 de abril, sobre disposiciones mínimas en materia de señalización de seguridad y salud en el trabajo; Real Decreto 486/1997, de 14 de abril, por el que se establecen las disposiciones mínimas de seguridad y salud en los lugares de trabajo; Real Decreto 374/2001, de 6 de abril, sobre la protección de la salud y seguridad de los trabajadores contra los riesgos relacionados con los agentes químicos durante el trabajo; Real Decreto 773/1997, de 30 de mayo, sobre disposiciones mínimas de seguridad y salud relativas a la utilización por los trabajadores de equipos de protección individual; Real Decreto 1215/1997, de 18 de julio, por el que se establecen las disposiciones mínimas de seguridad y salud para la utilización por los trabajadores de los equipos de trabajo).

Además, el Instituto Nacional de Seguridad Salud y Bienestar en el Trabajo pone a disposición toda la normativa referente a lugares de trabajo y guías técnicas para facilitar la aplicación de los reales decretos que desarrollan la ley de Prevención de Riesgos Laborales (Notas Técnicas de Prevención).

## **1.2. Normas básicas y generales de trabajo en laboratorios químicos**

### ***1.2.1. Normas higiénicas***

Las normas higiénicas básicas que se deben conocer son las siguientes:

- Está prohibido comer o beber en el laboratorio y almacenar alimentos dentro de las instalaciones (en refrigeradores, armarios, cajones, etc.), ya que si existe contaminación en el entorno esta puede pasar a los alimentos o bebidas
- Está prohibido fumar en el laboratorio por razones legales, higiénicas y sobre todo de seguridad

- Antes de salir del laboratorio se deben lavar las manos con jabón y agua abundante
- No se debe tocar con las manos ni probar los productos químicos, además no se debe inhalar nunca un producto químico sobre todo si este es desconocido

### 1.2.2. Medidas de seguridad básicas

#### Elementos de seguridad

Es necesario conocer los elementos de seguridad disponibles en el entorno de trabajo, para poderlos identificar y localizarlos rápidamente y poder hacer uso de ellos en caso de que sea necesario. Lo primero que se debe conocer es dónde están situadas las salidas principales y de emergencia por si fuera necesario realizar una evacuación. La señalización de estas salidas se muestra en la Figura 1.1.

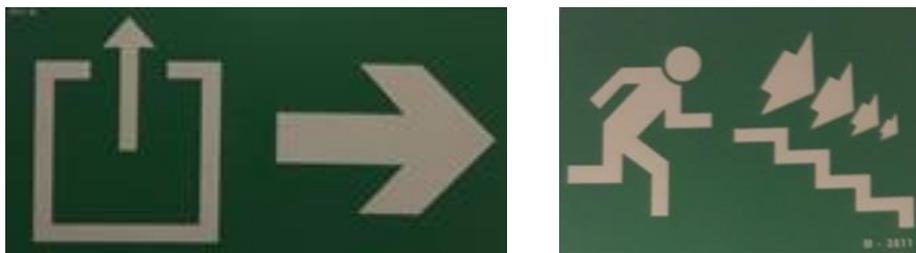


Figura 1.1. Señalización de las salidas de emergencia

También es necesario conocer donde están ubicados extintores, duchas de seguridad, lavaojos de emergencia, etc. (Figura 1.2). Puesto que la ubicación de estos elementos de seguridad dependerá del laboratorio en el que nos encontremos, será el responsable del laboratorio quien nos indicará la primera vez que entremos al laboratorio dónde están estos elementos así cómo y cuándo se utilizan.

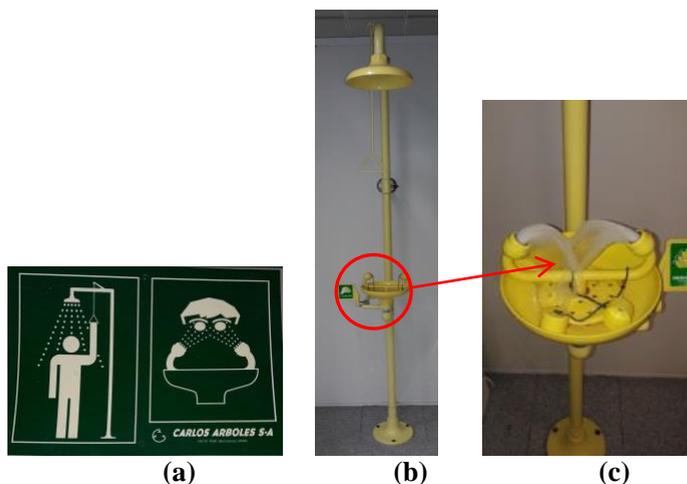


Figura 1.2. Elementos de seguridad ubicados en laboratorio: (a) señalización, (b) ducha-lavaojos, (c) lavaojos

Todas las botellas y recipientes de reactivos químicos deben estar correctamente etiquetados para que cualquier persona que los tenga que utilizar pueda saber de qué reactivo o compuesto químico se trata y sus características de peligrosidad. Antes de usar un determinado reactivo químico, se deben leer las etiquetas de seguridad de dicha botella de reactivo. Estas etiquetas dan información mediante el uso de pictogramas y frases (frases R y S) de los peligros, de las medidas a tomar en caso de que el producto químico se haya ingerido, inhalado, etc., y también indican el uso correcto del producto (ver Figura 1.3).

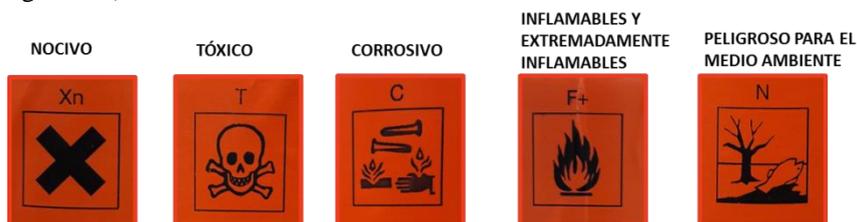


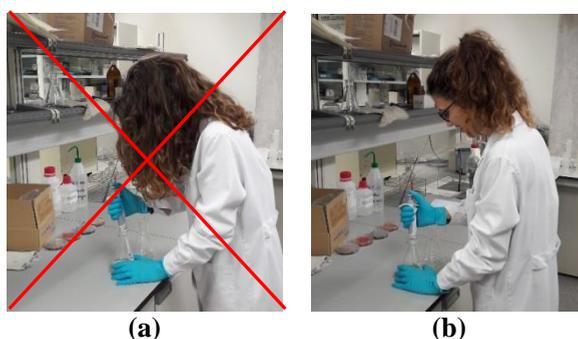
Figura 1.3. Ejemplos de pictogramas de seguridad

Las operaciones que conlleven el uso de sustancias químicas muy tóxicas, teratógenas, mutágenas y alérgicas, se realizarán en vitrina extractora de gases. También las actividades que generen vapores o en las que se usen sustancias volátiles es necesario realizarlas en vitrina de gases.

## Cómo ir vestido en el laboratorio

Cuando se está trabajando en un laboratorio se debe tener en cuenta lo siguiente:

- Es obligatorio llevar bata. La bata será preferentemente de algodón, y siempre se deben llevar la bata y la ropa de trabajo abrochadas, con las mangas bajadas
- No se llevará pantalón o falda corta. El uso de este tipo de prendas cuando se trabaja en el laboratorio hace que exista un elevado riesgo de exposición a sustancias corrosivas que es necesario evitar
- Se deben llevar zapatos cerrados. No es aceptable el uso de calzado que deje piel al descubierto
- El pelo largo debe llevarse recogido, tal y como se muestra en la Figura 1.4



**Figura 1.4.** Forma incorrecta (a) y correcta (b) de llevar el cabello cuando se trabaja en el laboratorio

- No se deben usar joyas. Los collares, pulseras, etc., pueden engancharse en aparatos o material. Además, en caso de vertido de una sustancia química, esta puede acumularse entre la piel y las joyas y pueden aumentar el contacto siendo este más prolongado. También el uso de joyas en trabajos de laboratorio puede incrementar el riesgo de contacto con alguna fuente de electricidad
- En actividades de laboratorio no se debe utilizar nunca lentes de contacto, porque en caso de salpicaduras de productos químicos o de emanación de vapores pueden pasar detrás de las lentes y agravar las lesiones en los ojos

## Elementos de protección personal que se deben utilizar

Cuando se trabaje en el laboratorio se deben utilizar elementos de protección que impidan o minimicen los riesgos:

- Se deben usar guantes adecuados (de resistencia a salpicaduras químicas, termoaislantes, etc.), especialmente cuando se trabaje con sustancias corrosivas, causticas o tóxicas (Figura 1.5.a)
- Es obligatorio usar gafas de seguridad (Figura 1.5.b). Cuando se realicen trabajos con posibles proyecciones de sólidos y/o de líquidos es necesario proteger los ojos para evitar lesiones
- Se deben usar mascarillas (Figura 1.5.c) en trabajos donde se produzcan emanaciones de vapores o gases tóxicos, corrosivos, etc., ya que de esta forma evitamos que el contaminante penetre en el organismo por medio de las vías respiratorias
- Nunca se pipetea con la boca, se utiliza siempre con la pipeta un bulbo de succión



(a)



(b)



(c)

**Figura 1.5. Elementos de protección: (a) guantes de protección térmica, (b) gafas de seguridad, (c) mascarilla de gases**

### **Proceder correcto en el desarrollo de la actividad**

Cuando se trabaje en el laboratorio se deben cumplir los procedimientos de forma correcta, con orden y limpieza. Para ello se debe tener en cuenta los siguientes aspectos:

- No se utilizarán frascos de reactivos que no estén identificados mediante etiqueta
- Se deben etiquetar apropiadamente todos los recipientes que contengan productos químicos (tanto sustancias como preparados)
- Nunca se trabaja solo en el laboratorio, especialmente en aquellas operaciones que conlleven un riesgo
- Nunca se sacan sustancias químicas del laboratorio sin autorización
- Cuando se calientan líquidos, se posiciona la boca del recipiente en dirección contraria a uno mismo y a las demás personas cercanas
- Los reactivos se trasladan de un sitio a otro del laboratorio solo en el caso de necesidad
- Las botellas para ser transportadas se deben coger por el fondo de las mismas, nunca se cogerán por el tapón, tal y como se ilustra en la Figura 1.6

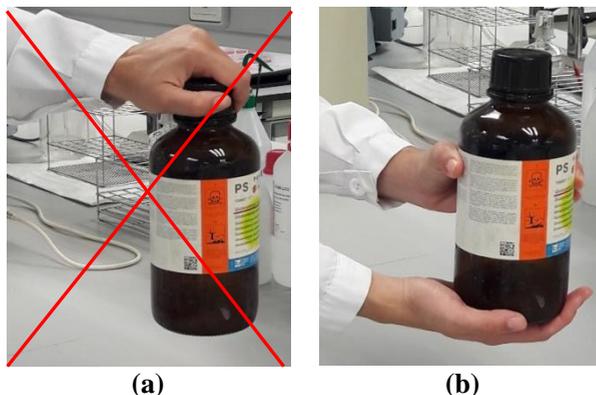


Figura 1.6. Forma incorrecta (a) y correcta (b) de coger las botellas de productos químicos

- Se trabajará en el laboratorio con orden y limpieza. El orden en la zona de trabajo es imprescindible para evitar accidentes. Esto incluye a las zonas de paso, salidas, vías de circulación, equipos e instalaciones
- Se limpiarán rápidamente los productos químicos derramados. Los desperdicios, manchas y residuos de sustancias peligrosas se eliminarán con rapidez
- El material y los equipos deben conservarse en buen estado por lo cual después de su uso deben limpiarse adecuadamente

### ***1.2.3. Actuaciones responsables***

El comportamiento en el laboratorio debe estar basado en el uso del sentido común. Se trabajará con tranquilidad, teniendo claro en cada momento la actividad que se está realizando, y con el material y reactivos preparados y ordenados para su uso. Se debe seguir un comportamiento responsable mientras se esté en el laboratorio. No se debe bromear, correr, empujar, etc. Un comportamiento no adecuado mientras se está en el laboratorio puede ser motivo de expulsión inmediata

## **1.3. Buenas prácticas en el laboratorio**

### ***1.3.1. Manipulación y eliminación de los residuos generados***

En muchas de las actividades que se realizan en un laboratorio de química se producen residuos que deben ser gestionados de manera correcta y respetuosa con el medio ambiente. En este sentido tanto los centros de investigación como las empresas deben disponer de un sistema de gestión ambiental homologado. Deben tener el compromiso de conocer, evaluar y minimizar todos los impactos ambientales derivados de sus actividades, con el objeto de controlar, prevenir y reducir los adversos, y, de potenciar y

difundir los positivos; y el de cumplir con los requisitos legales ambientales relacionados con sus aspectos ambientales.

En los trabajos de laboratorio se pueden generar dos tipos de residuos: residuos peligrosos y residuos no peligrosos. Para la eliminación de los residuos NO peligrosos generados dentro de un laboratorio, se utilizan los contenedores de papel, de plástico y de residuos orgánicos, que se muestran en la Figura 1.7.



**Figura 1.7. Contenedores para desechar los residuos NO peligrosos**

Los residuos peligrosos que se pueden generar se caracterizan por ser, en muchas ocasiones, de reducido volumen y/o por poseer una gran variedad de sustancias distintas y de elevada peligrosidad. Al finalizar el trabajo, tanto los reactivos extraídos de su recipiente pero no titulizados (por haber sobrado) como los productos generados (salvo excepciones) se consideran residuos peligrosos.

Para tratar estos residuos de forma adecuada hay que tener en cuenta que:

- Nunca se debe desechar nada en la pila o desagüe general a no ser que el responsable del laboratorio, lo autorice y esté permitido
- Se debe colocar el papel contaminado en un contenedor diferente del papel sin contaminar. Aquel papel utilizado para absorber el derrame de algún producto o reactivo químico debe ser tratado como un sólido contaminado
- El material de vidrio roto se deposita solamente en un contenedor específico
- No se tira al fregadero productos o residuos sólidos que puedan producir atascos

Deben seguirse las instrucciones de eliminación de residuos peligrosos, vertiendo los mismos, en los contenedores adecuados. Junto con el material y reactivos necesarios para trabajar en el laboratorio, deben existir los contenedores adecuados para la eliminación de los residuos peligrosos generados en la actividad.

Los recipientes para residuos estarán identificados mediante etiquetas que deben ser colocadas en el contenedor en el momento en que empieza a ser usado. En la Figura 1.8 se muestran distintos tipos de contenedores para residuos peligrosos. Se puede observar en dicha figura que los contenedores presentan distinta forma según el tipo de residuo que vayan a recoger.



Figura 1.8. Contenedores para desechar los residuos peligrosos

### 1.3.2. Fichas de Datos de Seguridad

Una Ficha de Datos de Seguridad es un documento que facilita información sobre las características y propiedades de una sustancia o una mezcla para su uso más adecuado. La Ficha de Datos de Seguridad permitirá a los usuarios adoptar las medidas necesarias para la protección de la salud humana y la seguridad en el trabajo, así como del medio ambiente. La información contenida en las fichas de seguridad se divide en 16 secciones (Figura 1.9), donde se indican instrucciones detalladas para el manejo del compuesto, información física del compuesto, descripción de su peligrosidad e indicación de los procedimientos y precauciones que se deben tomar y que se deben seguir cuando se manipule la sustancia.

Sección 1	Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa
Sección 2	Identificación de los peligros
Sección 3	Composición/Información sobre los componentes
Sección 4	Primeros auxilios
Sección 5	Medida de lucha contra incendios
Sección 6	Medidas en caso de vertido accidental
Sección 7	Manipulación y almacenamiento
Sección 8	Controles de exposición/protección individual
Sección 9	Propiedades físicas y químicas
Sección 10	Estabilidad y reactividad

Sección 11	Información toxicológica
Sección 12	Información ecológica
Sección 13	Consideraciones relativas a la eliminación
Sección 14	Información relativa al transporte
Sección 15	Información reglamentaria
Sección 16	Otra información

**Figura 1.9. Secciones de las Fichas de Seguridad (FDS)**

Las Fichas de Datos de Seguridad de todos los productos químicos existentes en el laboratorio, deben estar disponibles y accesible para consultar en cualquier momento.

# Capítulo 2

# Parámetros Físicos del

# Agua

## 2.1. Introducción

Se consideran parámetros físicos del agua aquellos que responden a los sentidos de la vista, tacto, gusto y olfato como pueden ser los sólidos suspendidos, la turbidez, la temperatura, etc. Estas características inciden de forma directa sobre el resto de parámetros químicos y biológicos, así como las condiciones estéticas y de aceptabilidad del agua. Dadas las distintas propiedades del agua podemos encontrarnos en su seno una gran cantidad de sustancias sólidas, líquidas y gaseosas diferentes que modifican su aptitud para el desarrollo de vida en su seno y para usos posteriores: agropecuarios, domésticos, industriales o de cualquier otra índole. Por tanto, el análisis de los parámetros físicos que determinan la calidad del agua se debe realizar a todo tipo de aguas, independientemente de su origen.

### 2.1.1. Temperatura

La temperatura es un parámetro muy importante que afecta tanto a las propiedades fisicoquímicas como a las biológicas del agua. Aumentos en la temperatura disminuyen la solubilidad de los gases disueltos en agua como el  $O_2$ ,  $CO_2$ , y su viscosidad. Sin embargo, la velocidad de las reacciones bioquímicas se ve incrementada con la temperatura y esto puede afectar a la viabilidad de las especies en un sistema acuático. En sistemas naturales lénticos (lagos, estanques, etc.) los cambios en la temperatura determinan la estratificación térmica de la columna de agua y, por tanto, la distribución de organismos.

Aunque todas las especies tienen un rango óptimo de temperatura superado un cierto valor característico de cada especie, tiene efectos letales para los organismos.

### **2.1.2. Turbidez**

La turbidez mide la capacidad de absorción o dispersión de la luz en el agua. La turbidez está generada por la presencia de materia suspendida y coloidal como arcilla, sedimentos, materia orgánica e inorgánica finamente dividida y por microorganismos planctónicos, etc. La relación entre la turbidez y la cantidad de materia suspendida depende de factores tales como el tamaño, forma y distribución de las partículas. La importancia de la turbidez radica en que estas partículas pueden actuar como centros activos favoreciendo la adsorción de otras sustancias (compuestos orgánicos tóxicos, metales pesados, etc...) o incluso de microorganismos.

En sistemas acuáticos valores altos de turbidez tiene efectos sobre la actividad fotosintética de los productores primarios y pueden generar coloración en el agua, modificando el aspecto de la misma.

Por todo ello, este parámetro se considera un buen estimador (indicador) de la calidad del agua y su medida es importante.

### **2.1.3. Sólidos**

Los sólidos engloban todas las sustancias disueltas o suspendidas presentes en el agua. Existen diversas clasificaciones en función del tamaño de las partículas (sólidos disueltos (SD), suspendidos (SS), coloidales y totales (ST)), de su capacidad de sedimentación (sólidos sedimentables y no sedimentables), de su estabilidad térmica a 550°C (sólidos volátiles (SV) y no volátiles (SNV)) y de su naturaleza (sólidos biodegradables y no biodegradables).

El contenido de sólidos totales y en suspensión de un agua resulta de interés para definir la calidad de la misma. Por otra parte, las fracciones volátil y no volátil proporcionan una buena idea sobre la naturaleza química de los sólidos presentes en el agua, puesto que los volátiles se asocian a materia orgánica principalmente y los no volátiles a materia inorgánica.

Aunque los sólidos presentes en el agua no tienen por qué ser sustancias contaminantes en sí mismas, su presencia puede afectar de diversas maneras a la calidad de las aguas, por eso el análisis y control de los mismos es sumamente importante.

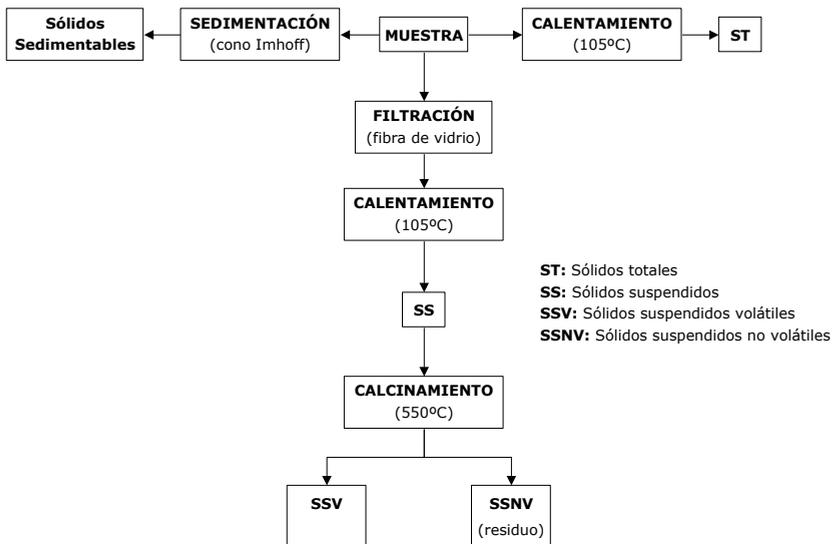


Figura 2.1. Relaciones entre distintos tipos de sólidos

Se llaman sólidos totales (ST) aquéllos que quedan como residuo después de la evaporación del agua a 105°C. De estos sólidos, la fracción que quedaría retenida por un filtro de membrana con un tamaño de poro de 0.45 micras, constituye lo que denominamos sólidos suspendidos (SS) y el resto constituye los sólidos disueltos (SD). En cada una de las clases anteriores se pueden distinguir a su vez las fracciones volátil y no volátil según permanezcan estables o no a una temperatura de 550°C. Por último, los sólidos sedimentables que son aquellos que se depositan en el fondo de un vaso cónico, llamado cono Imhoff, tras 1 hora de sedimentación. Todas estas relaciones entre los distintos tipos de sólidos se muestran en la Figura 2.1.

## 2.2. Determinación de los parámetros físicos

### 2.2.1. Temperatura

La temperatura según el método estandarizado se mide con un termómetro de mercurio de precisión en grados Celsius. Como mínimo el termómetro debe tener una escala cada 0.1°C. Además, debe tener una mínima capacidad térmica para permitir un rápido equilibrado. Periódicamente debe ser calibrado con termómetros certificados por Organismos Oficiales de Estandarización. Para medidas en campo se aconseja que los termómetros se guarden en estuches de metal para prevenir roturas.

### 2.2.2. Turbidez

La turbidez se determina mediante el método nefelométrico y se expresa en unidades nefelométricas de turbidez (NTU).

El instrumento utilizado para su medida es el turbidímetro (también denominado nefelómetro). Este equipo compara la intensidad de la luz dispersada por la muestra a  $90^\circ$  de la vía de luz incidente en condiciones definidas y la dispersada por una solución patrón en idénticas condiciones. El patrón de referencia utilizado es la formacina. A medida que aumenta la turbidez en el agua aumenta la cantidad de luz dispersada por la muestra. El funcionamiento del turbidímetro se ilustra en la Figura 2.2.

A la hora de realizar la medida es muy importante tener en cuenta que el equipo esté calibrado. Para ello, los equipos cuentan con patrones de turbidez determinada, por ejemplo, 800-100-20-0.02 NTU.

También es importante tener en cuenta que la cubeta donde se realice la medida no esté rayada ni sucia, puesto que cualquier resto sobre la pared de la misma puede afectar a la medida.

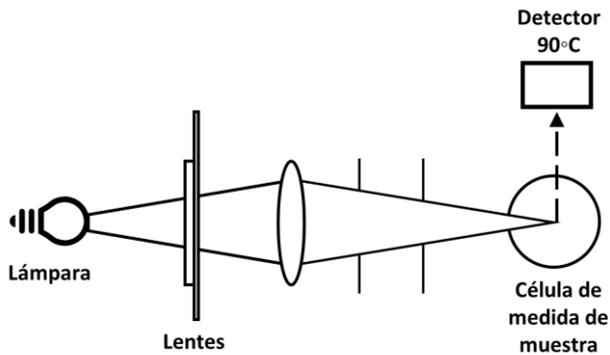


Figura 2.2. Funcionamiento de un turbidímetro

Material necesario:

- Turbidímetro (también denominado Nefelómetro)
- Celdas de medición
- Vaso de precipitados 100 mL
- Papel

Reactivos:

- Etanol

Procedimiento experimental:

- Calibrar el equipo con los patrones adecuados
- Homogeneizar la muestra
- Limpiar la celda de medición con etanol
- Verter la muestra en la celda de medición del equipo
- Realizar la medida

### 2.2.3. Sólidos

La determinación de las distintas fracciones de sólidos en el agua se realiza mediante el método gravimétrico. Este método se caracteriza por medir masa sin diferenciar ninguna otra característica (composición química, tamaño, etc.). Es por ello que cuando se utiliza este método es necesario separar previamente la fracción de sólidos que se desea cuantificar.

#### 2.2.3.1. Sólidos Totales (ST)

La determinación de los sólidos totales (ST) se realiza por evaporación y pesada de una muestra de agua. Cuando se evapora el agua contenida en la muestra el material resultante corresponde a los ST. Es necesario que esta evaporación sea suave, sin que en ningún momento llegue a producirse una ebullición brusca para evitar el arrastre de partículas sólidas por el vapor.

Material necesario:

- Cápsula de porcelana de 150 mL
- Pinzas para la manipulación de las cápsulas
- Estufa de desecación ventilada
- Recipiente desecador
- Balanza de precisión

Procedimiento experimental:

- Secar la cápsula en estufa a 105°C, hasta peso constante (mínimo 2 h), sacarla de la estufa, dejarla enfriar en el desecador y pesarla (peso B)

- Verter en la cápsula 100 mL de muestra y mantener en estufa a 95°C hasta su total evaporación. Elevar la temperatura de la estufa a 105°C y mantenerla durante 4 h
- Sacar la cápsula de la estufa y dejarla enfriar en el desecador, pesando a continuación (peso A)
- La diferencia entre las dos pesadas representa los sólidos contenidos en el agua evaporada. Expresar los sólidos totales de la muestra en mg/L

$$ST \left( \frac{mg}{L} \right) = \frac{(A-B) \times 1000}{\text{volumen muestra (mL)}} \quad \text{Ecuación 2.1}$$

Donde:

A= peso residuo seco + cápsula a 105° C (mg)

B= peso cápsula a 105°C (mg)

#### 2.2.3.2. Sólidos Suspendidos (SS)

Los sólidos en suspensión (SS) se determinan por filtrado y posterior pesada del material retenido. A efectos prácticos, la filtración conviene realizarla a presión o a vacío para que no se demore excesivamente la determinación. Los filtros son de fibra de vidrio de 47 mm de diámetro y 0.45µm de tamaño de poro.

Material necesario:

- Equipo de filtración: rampa de filtración, embudo magnético, matraces Kitasato de 1 L de capacidad
- Bomba de vacío
- Estufa de desecación
- Filtro de tamaño de poro de 0.45µm
- Cápsula de porcelana de 60 mL
- Balanza de precisión
- Recipiente desecador

Procedimiento experimental:

El procedimiento experimental se puede ver en el siguiente video educativo que se encuentra en el repositorio RIUNET:

<https://riUNET.upv.es/handle/10251/53650>

Además, se describe a continuación el procedimiento experimental para que se pueda realizar la determinación con las indicaciones en este libro.

- Desecar el filtro y la cápsula en estufa a 105°C hasta peso constante (mínimo 2 h), sacarlos de la estufa, enfriarlos en el desecador y pesarlos (peso D)
- Acoplar el filtro en el equipo de filtración, montarlo sobre el matraz Kitasato y conectar este a la bomba de vacío
- Llenar el embudo con una determinada cantidad de agua problema y poner en marcha la bomba de vacío. Filtrar progresivamente el volumen deseado y mantener el vacío hasta que el filtro comience a secarse
- Retirar el filtro con cuidado, colocarlo sobre la cápsula de porcelana e introducir la cápsula en la estufa a 105°C, durante aproximadamente 2 h
- Una vez seco, y enfriado en el desecador, se pesa la cápsula con el filtro (peso C)
- El peso de la materia en suspensión es la diferencia entre este último valor y el peso inicial del filtro seco más la cápsula vacía. Expresar los sólidos suspendidos de la muestra en mg/L

$$SS \left( \frac{mg}{L} \right) = \frac{(C-D) \times 1000}{\text{volumen muestra (mL)}} \quad \text{Ecuación 2.2}$$

Donde:

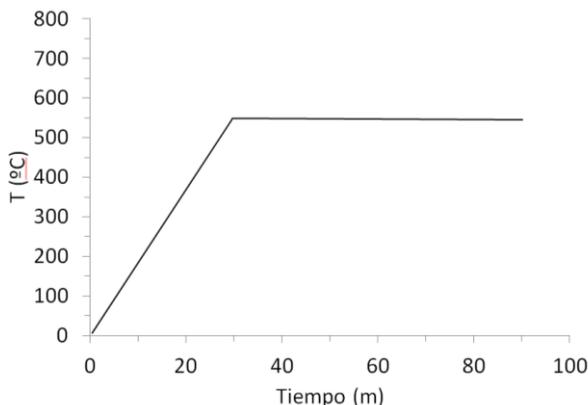
C= peso cápsula+filtro+residuo 105°C (mg)

D= peso cápsula+filtro 105°C (mg)

Debe evitarse utilizar un tiempo excesivo en el traslado del filtro desde la estufa al desecador, y desde éste a la balanza, para evitar que la humedad ambiente penetre en el mismo. La pesada, asimismo, debe hacerse lo más brevemente posible.

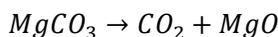
### 2.2.3.3. Fracción Volátil y no Volátil

Una vez determinados los sólidos suspendidos, la determinación de la fracción no volátil se lleva a cabo por calcinación del residuo retenido en el filtro. Esta calcinación se realiza a una temperatura de 550°C en un horno-mufla durante una hora. La obtención de la temperatura de calcinación se realiza mediante una rampa de temperatura tal y como se describe en la Figura 2.3. Al calentar a 550°C la materia orgánica se descompone en agua y CO<sub>2</sub> que se evaporan.



**Figura 2.3. Evolución de la temperatura en el programa de calentamiento del horno-mufla**

Se debe tener en cuenta una posible fuente de error debida a que el carbonato magnésico se descompone a 350°C según la reacción:



Si existe una cantidad apreciable de este compuesto en la muestra, deberá regenerarse mediante la adición de una solución de carbonato amónico. La reacción regenerante es la siguiente:



Material necesario:

- Cápsulas de porcelana con el filtro y con el residuo de los SS
- Pinzas para la manipulación de las cápsulas
- Horno-mufla

Reactivos:

- Reactivo de carbonato amónico. (20g de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 20 mL de disolución NH<sub>4</sub>OH y 80 mL de H<sub>2</sub>O destilada)

- Estufa de desecación
- Recipiente desecador
- Balanza de precisión

Procedimiento experimental:

El procedimiento experimental se puede ver en el siguiente video educativo que se encuentra en el repositorio RIUNET:

<https://riunet.upv.es/handle/10251/80642>

Además, se describe a continuación el procedimiento experimental para que se pueda realizar la determinación con las indicaciones recogidas en este libro.

- Las cápsulas (que se utilizan como soporte del filtro), deben ser calcinadas previamente y mantenidas en estufa para que no exista disminución de peso asociada a la masa de la cápsula. Antes de la determinación, la cápsula se pasa al desecador
- Introducir las cápsulas con el filtro y el residuo de SS en el horno-mufla. Ajustar el programa de calentamiento (rampa de temperatura hasta alcanzar 550°C, y luego mantener esta temperatura durante 1 h)
- Dejar enfriar el horno y extraer las cápsulas con el filtro. Completar su enfriado en el desecador
- Impregnar la superficie del filtro con el residuo de SS con una cantidad suficiente de carbonato amónico
- Introducir las cápsulas en la estufa ventilada a 105°C durante 1 h. Con esta operación se elimina totalmente el exceso de agua y amoníaco existente
- Enfriar las cápsulas en el desecador y pesarlas inmediatamente
- Expresar los SSnV en mg/L

$$SSnV \left( \frac{mg}{L} \right) = \frac{(B-C) \times 1000}{\text{volumen muestra (mL)}} \quad \text{Ecuación 2.3}$$

Donde:

B= peso cápsula + filtro + residuo SS a 105°C

C= peso cápsula + filtro + residuo SS a 550°C (con regeneración de carbonatos si es preciso)

Los SSV se calcularán por diferencia entre los SS y los SSnV:

$$SSV \left( \frac{mg}{L} \right) = SS \left( \frac{mg}{L} \right) - SSnV \left( \frac{mg}{L} \right) \quad \text{Ecuación 2.4}$$

#### 2.2.3.4. Sólidos Sedimentables

Los sólidos sedimentables se determinan por métodos volumétricos. Estos sólidos son aquellos que se depositan en el fondo de un cono Imhoff tras un periodo de una hora en el que puede leerse el volumen decantado. Su concentración se expresa en mililitros de sólidos por litro (mL/L).

Material necesario:

- Cono Imhoff de 1 L
- Soporte para el cono
- Probeta de 1 L

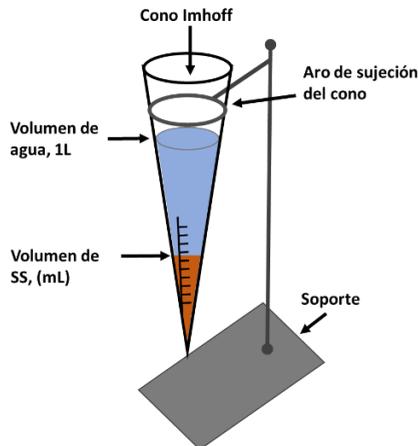


Figura 2.4. Cono Imhoff

Procedimiento experimental:

- Verter 1 L de la muestra en el cono Imhoff
- Tras 45 min sacudir el cono imprimiéndole unos giros alternativos en torno a su eje, para facilitar el descenso de las materias que hubieran podido quedar retenidas en las paredes
- A los 60 min medir el volumen decantado en el cono (mL)

### 2.3. Resultados

Para poder establecer el valor final de cada uno de los parámetros físicos vistos en este capítulo es necesario hacer al menos tres repeticiones de cada medida. Se suelen anotar los valores en una tabla y calcular la media y la desviación típica de cada parámetro.

	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Media ( $\bar{x}$ )	Desviación típica ( $s$ )
T <sup>a</sup> (°C)					
Turbidez (NTU)					
Sólidos Totales (mg/L)					
Sólidos Suspen- didos (mg/L)					
Sólidos Suspen- didos Volátiles (mg/L)					
Sólidos Sedimen- tables (mg/L)					

# Capítulo 3

# Parámetros Químicos(I)

# del Agua

## 3.1. Introducción

El agua en la naturaleza rara vez se encuentra en estado puro (siendo la principal excepción cuando está en forma de vapor). Cuando entra en contacto con la atmósfera y con el terreno, rápidamente disuelve gases y minerales con los que entra en contacto e incorpora partículas en suspensión cuyo tamaño depende de la capacidad de arrastre que tenga esta agua (esta capacidad está ligada principalmente a su velocidad).

El agua es conocida como el disolvente universal, siendo capaz de disolver rápidamente tanto compuestos naturales como compuestos sintetizados por el hombre. Cuando esto sucede se ve alterada la calidad y se puede volver inadecuada para abastecimiento de poblaciones si no recibe algún tipo de tratamiento previo. Las características químicas del agua están precisamente relacionadas con esa capacidad del agua para disolver diversos compuestos entre los que podemos mencionar: los sólidos disueltos, la alcalinidad, la dureza, los metales, los compuestos orgánicos y los nutrientes.

Al agua se le dan diversos usos, entre los que se puede destacar: el mantenimiento de ecosistemas naturales, hábitats de peces, invertebrados y otros organismos, el riego de parques, jardines y de campos agrícolas, la navegación, la extinción de incendios, el uso doméstico, el uso industrial,... Con todo este abanico de posibles usos, resulta además, que un agua puede ser apta para un determinado uso, y no apta para otro uso, en cuyo caso se considera que está contaminada para ese uso para el cual no es apta.

El que el agua se considere aceptable para un determinado uso depende de sus características físicas, químicas y biológicas, y de que estas propiedades se puedan modificar por medio de tratamientos (físicos, químicos o biológicos), para conseguir que sea apta para dicho uso, en caso de que no lo sea de manera natural.

En este capítulo se presentan tres características químicas importantes del agua como son la conductividad eléctrica, el pH y la concentración de oxígeno disuelto. Precisamente esta última característica es un indicador muy importante de la calidad del agua en ecosistemas acuáticos. La desoxigenación del medio acuático es uno de los principales peligros que afectan a estos ecosistemas. El vertido de residuos orgánicos, y compuestos amoniacales, pueden reducir significativamente los niveles de oxígeno disuelto en el medio acuático receptor afectando a la mayoría de formas de vida acuáticas que no son capaces de vivir en un medio pobre en oxígeno.

### 3.1.1. Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica se define como la capacidad del agua para conducir la corriente eléctrica. Esta capacidad de conducir la corriente eléctrica depende de la presencia de iones, de la concentración total de estos, de la movilidad, de la valencia y de la temperatura del medio en que se encuentran estos iones. La conductividad en el S.I. se mide en Siemens/m. La conductividad eléctrica (CE) es inversa a la resistividad ( $\rho$ ).

$$\rho(\Omega \cdot m) = R \times \frac{A}{l} \quad \text{Ecuación 3.1}$$

$$CE \left( \frac{S}{m} \right) = \frac{1}{\rho} \quad \text{Ecuación 3.2}$$

Donde:

$\rho$ =resistividad en ( $\Omega \cdot m$ )

R=Resistencia ( $\Omega$ )

A= área de la sección transversal ( $m^2$ )

l=longitud (m)

CE=conductividad eléctrica (S/m)

Las soluciones donde predominan los compuestos inorgánicos (nitratos, sulfatos, fosfatos, cloruros, etc.) son mejores conductoras por la capacidad de éstos a disociarse, mientras que las moléculas orgánicas (azúcares, alcoholes, grasas, etc.) no se disocian en soluciones acuosas y, en consecuencia, conducen mal la corriente. En la Tabla 3.1 se muestran valores típicos de conductividad para distintos tipos de agua:

**Tabla 3.1. Valores típicos de conductividad**

Tipo de agua	Conductividad (μS/cm)
Agua pura	0.05
Agua destilada	0.1-4
Agua de lluvia	20-100
Agua blanda	40-150
Agua dura	200-500
Agua de mar	40000
Agua residual	600-1500

### 3.1.2. pH

El pH mide la concentración de protones, es decir, de iones  $H^+$  que contiene una disolución determinada. Es una medida de la acidez o basicidad de una disolución acuosa. Es una de las medidas más importantes y frecuentes en el control de la calidad del agua, porque en todas las fases de potabilización y de tratamiento de aguas residuales los procesos de neutralización ácido-base, ablandamiento de agua, precipitación, coagulación, desinfección y corrosión son dependientes del pH. Además, en sistemas naturales el pH afecta al equilibrio carbónico-carbonato, a la especiación química de elementos y, por tanto, a la diversidad de especies. Se expresa como el logaritmo negativo en base de 10 de la actividad de iones de hidrógeno.

$$pH = -\log_{10}[H^+] \quad \text{Ecuación 3.3}$$

Las principales fuentes que proporcionan un pH determinado a una masa de agua son las rocas y el suelo en contacto con el agua a partir de los que pueden erosionarse los compuestos ácidos/alcalinos, los carbonatos y dióxidos de carbono y también la exposición a los agentes contaminantes del agua residual o los contaminantes atmosféricos.

### 3.1.3. Oxígeno disuelto

En el agua se pueden encontrar diversos gases como el nitrógeno  $N_2$ , el oxígeno  $O_2$ , y el dióxido de carbono  $CO_2$ . De todos ellos, la concentración de oxígeno es vital para la biodiversidad. Parámetros como la temperatura, la presión parcial del gas en la atmósfera, la solubilidad, la actividad biológica (fotosíntesis-respiración-degradación de la materia orgánica) y la nitrificación puede causar modificaciones en la concentración de este gas en el agua.

Por todo ello, el análisis de este parámetro es fundamental para el control de la calidad del agua en sistemas naturales y para evaluar la contaminación y el seguimiento de los distintos tratamientos que se aplican a las aguas residuales.

## 3.2. Determinación de los parámetros químicos

### 3.2.1. Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica de una disolución se mide utilizando dos electrodos químicamente inertes y fijos a los que se aplica un voltaje. La caída de voltaje debida a la resistencia de la disolución se utiliza para calcular la conductividad. Ésta medida depende de la temperatura, puesto que el flujo de electrones entre los electrodos es mayor a mayor temperatura. Por ello, se ha estandarizado a 25°C la medida de la conductividad. La mayoría de sondas de conductividad ofrecen una medida ya corregida a una T de 25°C.



**Figura 3.1. Conductímetro**

Para una correcta medida de la conductividad es importante calibrar el conductímetro con una disolución de KCl 0.01M (1413  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) o 0.1 M (12.88  $\text{mS}/\text{cm}$ ). Los conductímetros además de la conductividad dan medidas de salinidad y de sólidos disueltos. La conductividad eléctrica (CE) se relaciona con la salinidad y la presencia de sólidos en el agua (ST y SDT) mediante las siguientes ecuaciones:

$$\text{Salinidad (mg NaCl/L)} = [0.52-0.55] \cdot \text{CE } (\mu\text{S}/\text{cm}) \quad \text{Ecuación 3.4}$$

$$\text{ST (mg/L)} = [0.55-0.9] \cdot \text{CE } (\mu\text{S}/\text{cm}) \quad \text{Ecuación 3.5}$$

$$\text{SDT (mg/L)} = [0.55-0.70] \cdot \text{CE } (\mu\text{S}/\text{cm}) \quad \text{Ecuación 3.6}$$

Material necesario:

- Conductímetro
- Vasos de precipitados
- Agua destilada
- Papel absorbente

### Procedimiento experimental

- Calibrar el equipo siguiendo las instrucciones del fabricante, con una disolución de KCl 0.01M. Esta disolución tiene una conductividad de 1413  $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Homogeneizar la muestra
- Realizar la medida moviendo suavemente la sonda hasta que se estabilice el valor
- Enjuagar la sonda con agua destilada

### 3.2.2. pH

El pH puede determinarse colorimétricamente mediante un fotómetro o potenciométricamente mediante un pH-metro. Esta segunda técnica que está basada en la actividad de los protones (iones  $\text{H}^+$ ) es la más utilizada por su precisión y amplio rango de medida. El pH-metro mide la diferencia de potencial que existe entre dos electrodos, uno de los cuales es sensible a los iones hidrógeno (el más usado el electrodo de vidrio) y el otro es un electrodo de referencia. En las sondas utilizadas hoy día ambos electrodos están montados en el mismo cuerpo (Figura 3.2).



Figura 3.2. pH-metro

Los valores de pH van de 0 a 14, correspondiendo el valor de 7 a un pH neutro. La correcta determinación del pH se realiza agitando de forma muy suave la muestra para minimizar el arrastre de  $\text{CO}_2$  que puede afectar al valor final de pH. Entre muestra y muestra el electrodo debe ser enjuagado con agua destilada. Es importante que el pH-metro esté correctamente calibrado con distintas soluciones patrón de pH conocido, previo a su uso.

Material necesario:

- pH-metro
- Soluciones patrón de valores de pH 4-7-10
- Vasos de precipitados
- Agua destilada
- Papel absorbente

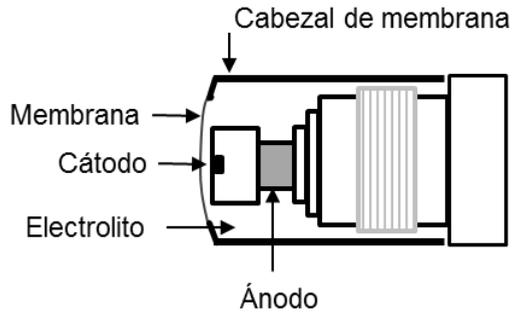
Procedimiento experimental

- Calibrar el pH-metro con los patrones siguiendo instrucciones del fabricante
- Homogeneizar la muestra
- Realizar la medida moviendo suavemente la sonda hasta que se establezca el valor
- Enjuagar la sonda con agua destilada y taponarla con el capuchón que contiene una disolución de mantenimiento/conservación del electrodo

### 3.2.3. Oxígeno Disuelto (OD)

Existen varios métodos para la determinación del oxígeno disuelto en agua. El método yodométrico ó Winkler (menos utilizado) y el método electrométrico basado en el uso de electrodos de membrana. Este último método está basado en la tasa de difusión del oxígeno molecular a través de membranas y se realiza mediante sonda denominadas oxímetros.

Un oxímetro consiste en un par de electrodos sumergidos en una disolución electrolítica separada del líquido por una membrana semipermeable (Figura 3.3). Las moléculas de  $O_2$  se difunden desde el seno de la disolución acuosa (en la que se quiere determinar la concentración de OD a través de la membrana) hacia la disolución interna, donde se reducen en el cátodo generando una corriente eléctrica. Esta corriente es proporcional a la concentración de OD en la disolución. La relación entre la corriente eléctrica y la concentración de OD se establece mediante la calibración, para lo cual se somete el sensor a agua saturada de oxígeno, punto en el cual se fija el 100% de saturación. Es un método de gran precisión que permite detectar variaciones de concentración de OD del orden de 0.01 ppm.



**Figura 3.3. Sonda de oxígeno**

Material necesario:

- Sensor de medida de OD (Oxímetro)
- Vasos de precipitados
- Agua destilada
- Papel absorbente

Procedimiento experimental

- Homogeneizar la muestra
- Realizar la medida moviendo suavemente la sonda hasta que se estabilice el valor
- Enjuagar la sonda con agua destilada y tajarla con el recipiente de almacenamiento/calibración

### 3.3. Resultados

A continuación se muestra una manera de representar los resultados obtenidos cuando se analizan los parámetros químicos del agua. Se suele calcular la media y la desviación típica a partir de las repeticiones de cada medida.

	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Media ( $\bar{x}$ )	Desviación típica ( $s$ )
Conductividad ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )					
pH					
OD (mg/L)					

A partir de los datos de conductividad se pueden estimar los valores de salinidad, (mg/L), ST (mg/L) y SDT (mg/L).

	Valor estimado	Observaciones
Salinidad ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )		
ST (mg/L)		
SDT (mg/L)		

# Capítulo 4

## Parámetros Químicos (II)

### del Agua

#### 4.1. Introducción

En este capítulo se explican aquellos parámetros químicos que definen la calidad del agua, tanto en aguas naturales como en aguas residuales relacionados con los principales nutrientes ( $\text{N-NO}_3^-$ ,  $\text{N-NH}_4^+$ ,  $\text{P-PO}_4^{3-}$ ) y la materia orgánica (DQO, DBO...) mediante métodos normalizados. La correcta determinación de estos parámetros es fundamental para determinar el estado de una masa de agua (oligotrófico/eutrófico) o incluso el tratamiento al que debe someterse para cumplir la normativa actual de vertidos.

##### 4.1.1. Nutrientes

Los nutrientes son elementos necesarios para el crecimiento, mantenimiento y reproducción de los organismos. Éstos en medio acuático pueden aparecer en forma inorgánica (no asociados a ningún compuesto de carbono) o de forma orgánica (asociados a compuestos de carbono). Aunque los nutrientes son imprescindibles para el desarrollo de los seres vivos, la cantidad necesaria de cada uno de ellos varía, dando lugar a una clasificación de los mismos en micronutrientes (Cu, Fe, Zn, Co, B, Mo) y macronutrientes (C, N, P, Si, S, Na, Ca, K, Mg).

De todos ellos en los sistemas acuáticos, los nutrientes limitantes son principalmente el nitrógeno y el fósforo. Se debe tener en cuenta que no sólo es importante determinar la concentración de estos nutrientes sino también las proporciones de las distintas especies químicas presentes.

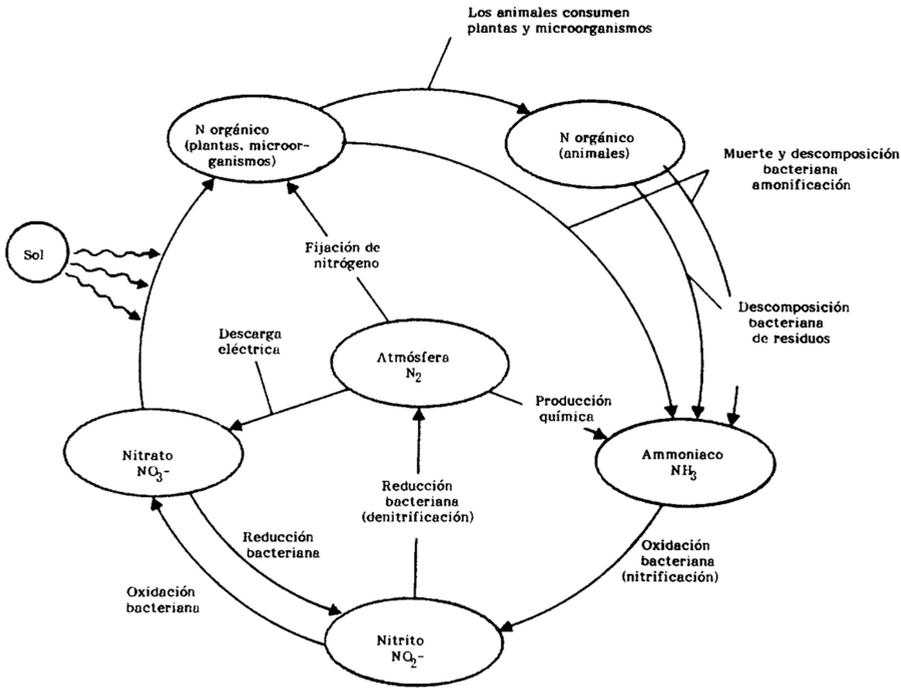


Figura 4.1. Ciclo del nitrógeno

En la Figura 4.1 se muestra el ciclo del nitrógeno en la naturaleza. El principal reservorio de nitrógeno está en la atmósfera en forma de  $N_2$  (g). Gracias a la acción de determinados organismos éste es fijado y pasa a formar parte de estructuras orgánicas ( $N_{org}$ ). Cuando los seres vivos mueran la forma orgánica del nitrógeno es transformada a amoníaco/amonio ( $NH_3/NH_4^+$ ) por los microorganismos descomponedores. El equilibrio,  $NH_3+H_2O \leftrightarrow NH_4^++OH^-$ , depende del pH del medio. El amonio es posteriormente convertido a nitritos y nitratos por un proceso denominado nitrificación en el que participan distintos géneros de bacterias (*Nitrosomonas*, *Nitrobacter*). La forma más oxidada ( $N-NO_3$ ) está disponible para ser asimilada de nuevo. En ausencia de oxígeno se lleva a cabo la desnitrificación donde las especies de nitrógeno se reducen hasta formar  $N_2$  (g), que puede ser liberado a la atmósfera de nuevo.

Por el contrario el ciclo del P es principalmente sedimentario. El reservorio está en el suelo, en las rocas y en los minerales. La actividad bacteriana es de menor importancia y está limitada a la asimilación en procesos de biosíntesis y liberación en procesos de mineralización.

El ortofosfato ( $P-PO_4^{3-}$ ) es la forma preferida de absorción y puede ser utilizada directamente por parte de los organismos. Para el resto de formas (polifosfatos ( $PO_4^{3-}$ )<sub>n</sub> y  $P_{org}$ ) se precisa una transformación previa a ortofosfato para poder ser asimilado.

### 4.1.2. Materia orgánica

Las aguas naturales, además de albergar numerosas formas de vida, reciben aportes de compuestos orgánicos de distintas fuentes (hojas, restos de animales, excrementos, etc.) así como materia orgánica procedente de vertidos de aguas residuales domésticas, ganaderas e industriales sin tratar o parcialmente tratadas. La diversidad de fuentes y de compuestos orgánicos presentes en el agua provoca que esta fracción sea una mezcla muy heterogénea de compuestos.

La materia orgánica presente en un agua (sea de un medio natural o agua residual) se puede cuantificar de forma indirecta a través del oxígeno que se consume para su degradación. Esta degradación puede realizarse por dos vías:

- Vía biológica: midiendo el oxígeno que consumen las bacterias heterótrofas en el proceso de degradación de la materia orgánica: Demanda Biológica de Oxígeno (DBO  $\text{mgO}_2/\text{L}$ )
- Vía química: midiendo el oxígeno consumido en el proceso de oxidación química de la materia orgánica, utilizando un potente agente oxidante: Demanda Química de Oxígeno (DQO  $\text{mgO}_2/\text{L}$ )
- En el caso de que se trate de un compuesto orgánico concreto y conocido (por ejemplo, glucosa  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ , ácido acético  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ , etanol  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ , ...) también se puede determinar la cantidad de oxígeno que requiere su degradación por medio de la estequiometría de la reacción. Las reacciones estequiométricas proporcionan información cualitativa (qué compuestos interaccionan y qué productos finales se producen) y también información cuantitativa (cuánto de cada compuesto interviene en la reacción). A partir de estas reacciones podemos obtener la demanda teórica de oxígeno (DT<sub>TeO</sub>  $\text{mgO}_2/\text{L}$ )

## 4.2. Determinación de los parámetros químicos

### 4.2.1. Nutrientes

La determinación de las distintas formas químicas de los nutrientes se realiza por métodos de espectrofotometría UV-VIS. Esta técnica está basada en la relación que existe entre la absorción de la luz del compuesto que queremos determinar y su concentración. Cuando incide perpendicularmente un haz de luz de una determinada longitud de onda (monocromática) sobre una disolución que contiene el compuesto químico éste absorbe parte de la luz (cromóforo) y transmite otra parte. La relación entre la radiación incidente y la radiación que atraviesa la muestra viene definida por dos parámetros: transmitancia y absorbancia. La transmitancia (T) se define como la fracción del haz de luz que atraviesa la disolución del compuesto cromóforo. La absorbancia (A) está relacionada con la cantidad de luz que es absorbida por la muestra. Las expresiones matemáticas de ambas magnitudes son:

$$\%T = \frac{I_t}{I_o} \times 100 \quad \text{Ecuación 4.1}$$

$$A = \log \frac{1}{T} = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_o} \quad \text{Ecuación 4.2}$$

Donde:

T= Transmitancia (%)

A= Absorbancia

I<sub>t</sub> = Radiación transmitida

I<sub>o</sub> = Radiación Incidente

En la espectrofotometría aplicada al análisis de determinados compuestos químicos se mide la absorbancia a una longitud de onda determinada (específica para cada compuesto) y la compara que la de otras soluciones de concentración conocida (soluciones patrón).

Para poder estimar la concentración de la muestra se aplica la Ley de Lamber-Beer. Esta ley establece que la concentración de una sustancia (C) está relacionada con su absorbancia (A) de la siguiente manera:

$$A = \epsilon C L \quad \text{Ecuación 4.3}$$

Donde:

A = Absorbancia de la muestra

C = Concentración de la sustancia expresada en moles/L

L = Longitud del paso óptico (corresponde a anchura de la cubeta que contiene la muestra), expresada en cm

ε= Absorptividad molar. Propiedad característica de cada sustancia. Corresponde a la cantidad de radiación que absorbe a una longitud de onda determinada por unidad de concentración, siendo sus unidades L mol<sup>-1</sup>cm<sup>-1</sup>(téngase en cuenta que la absorbancia no tiene unidades)

Para poder estimar la concentración de una disolución problema deber realizarse previamente una curva de calibrado. Ésta puede ser realizada por el analista o pueden utilizarse las curvas que suministra el vendedor del espectrofotómetro. Para ello se mide la absorbancia de distintos patrones de concentraciones conocidas y se representa gráficamente (Figura 4.2). En un paso posterior se mide la absorbancia de la muestra problema y utilizando la ley de Lambert-Beer se obtiene el valor de concentración. La lectura debe hacerse sobre la parte recta de la curva de calibrado, puesto que en ella es donde se cumple con precisión la ley de Lambert-Beer.

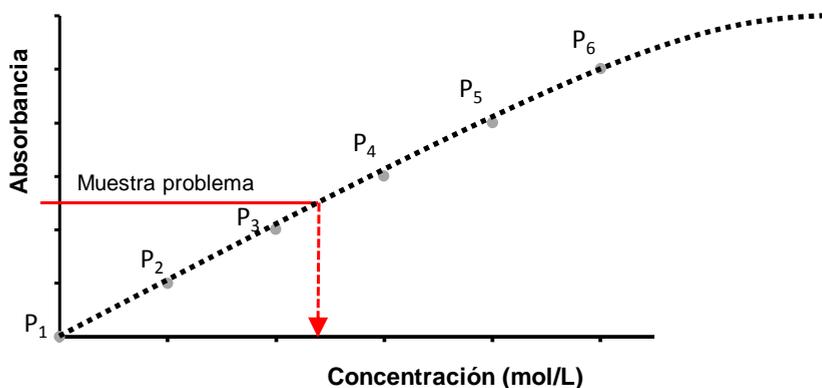


Figura 4.2. Curva de calibración

Entre los componentes de un espectrofotómetro visible aparece en primer lugar una fuente de luz policromática seguida de un sistema óptico que mediante filtros, lentes y redes de difracción selecciona una longitud de onda determinada y la dirige hacia donde está la muestra problema. Ésta se coloca en una cubeta de espesor conocido (la mayoría de veces son de 1 cm de longitud paso, aunque se pueden utilizar de mayor espesor para muestras con baja concentración, y de menor espesor cuando el volumen de muestra es reducido). Las cubetas son de cuarzo porque este elemento no absorbe radiación UV ni visible. Por último, el equipo dispone de un detector que recibe la señal de la intensidad de la luz transmitida por la muestra y la transforma en una señal eléctrica para que pueda ser procesada por un ordenador (Figura 4.3).

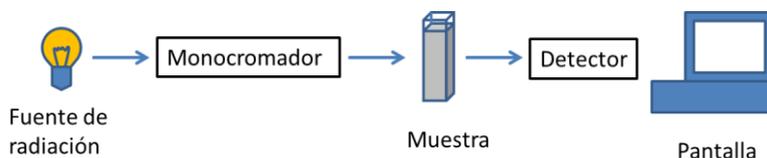
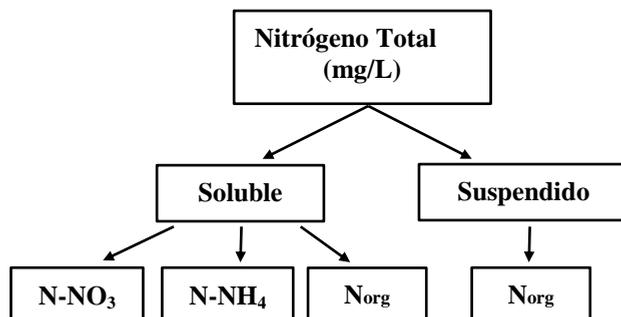


Figura 4.3. Funcionamiento esquemático del espectrofotómetro de absorción UV-Vis

#### 4.2.1.1. Nitrógeno

Para determinar las distintas especies de nitrógeno presentes en el agua resulta necesario establecer en qué fracción de la muestra se encuentran. Para ello se utiliza el siguiente esquema:



**Figura 4.4. Clasificación de las distintas formas de nitrógeno**

Para la determinación de las especies de nitrógeno solubles ( $\text{N-NO}_3$ ,  $\text{N-NO}_2$ ,  $\text{N-NH}_4$ ,  $\text{N}_{\text{org}}$ ) la muestra ha de ser previamente filtrada con filtros de tamaño de poro de  $0.45 \mu\text{m}$ . El nitrógeno total se mide directamente de la muestra sin filtrar. Posteriormente la fracción de nitrógeno suspendida se puede obtener por diferencia.

Determinación de la concentración de  $\text{N-NO}_3$ .

Los iones nitrato en ácido sulfúrico concentrado forman con un derivado del ácido benzoico, un nitrocompuesto rojo que se determina espectrofotométricamente. Este método es aplicable a concentraciones de  $0.5$  a  $20.0 \text{ mg N-NO}_3/\text{L}$  (con cubetas de  $1 \text{ cm}$ ).

Material necesario:

- Cubeta de reacción
- Cubeta de medida de  $1 \text{ cm}$
- Pipetas de  $5$  y  $2 \text{ mL}$
- Agua destilada
- Espectrofotómetro UV-VIS

Reactivos:

- Reactivo  $\text{NO}_3$ -1,  
Ácido 3,5-dihidroxibenzoico,  
 $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_4$
- Reactivo  $\text{NO}_3$ -2,  
Ácido Sulfúrico,  $\text{H}_2\text{SO}_4$

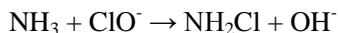
Procedimiento experimental:

- Añadir una microcuchara rasa del reactivo  $\text{NO}_3$ -1 en la cubeta de reacción
- Añadir con pipeta  $5.0 \text{ mL}$  del reactivo  $\text{NO}_3$ -2. Agitar vigorosamente durante  $1$  minuto hasta que el reactivo se disuelva completamente

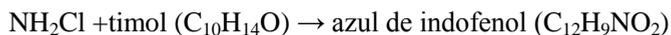
- Verter a la mezcla anterior 1.5 mL de muestra con la pipeta, lenta y cuidadosamente
- Transferir un volumen de la mezcla de reacción a la cubeta de medida con mucho cuidado
- Medir en el equipo asegurándose que la cubeta está limpia y seca. El color de la solución permanece estable como mínimo 60 minutos después de la reacción

Determinación de la concentración de N-NH<sub>4</sub>.

Sobre la muestra previamente filtrada en medio fuertemente alcalino, en el que solo existe amoníaco, tiene lugar con la presencia de un agente clorante una transformación del amonio en monocloramina.



Este compuesto reacciona con timol formando azul de indofenol, que se determina espectrofotométricamente.



Este método es aplicable a concentraciones de 0.05 a 3 mg N-NH<sub>4</sub>/L (con cubetas de 1 cm).

Material necesario:

- Cubeta de reacción
- Cubeta de medida de 1cm
- Pipetas de 1 y 5 mL
- Agua destilada
- Espectrofotómetro UV-VIS

Reactivos:

- Reactivo NH<sub>4</sub>-1, mezcla formada por:  
Hidróxido de sodio, NaOH  
Ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico, C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>P<sub>2</sub>
- Reactivo NH<sub>4</sub>-2, Troclosenol sódico-trihidrato, C<sub>3</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>3</sub>NaO<sub>3</sub>·2H<sub>2</sub>O
- Reactivo NH<sub>4</sub>-3, 2-propanol, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O  
Nitroprusito sódico, C<sub>5</sub>FeN<sub>6</sub>Na<sub>2</sub>PO  
Timol, C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O

Procedimiento experimental:

- Pipetear 5 mL de muestra en una cubeta de reacción
- Añadir con pipeta 0.60 mL de reactivo NH<sub>4</sub>-1 y mezclar

- Añadir y agitar vigorosamente 1 microcuchara rasa hasta que el reactivo NH<sub>4</sub>-2 se disuelva completamente. Dejar en reposo 5 minutos
- Adicionar 4 gotas del reactivo NH<sub>4</sub>-3 y dejar 5 minutos en reposo
- Verter la mezcla en la cubeta de medida correspondiente y medir en espectrofotómetro

El procedimiento es análogo a EPA 350.1, APHA 4500-NH<sub>3</sub> F, ISO 7150-1 y DIN 38406-5.

#### Determinación de la concentración de Nitrógeno Total.

El análisis de nitrógeno total en una muestra de agua se realiza en dos partes: disgregación de los compuestos de N y medida de nitratos (N-NO<sub>3</sub>).

1. Disgregación: en esta etapa los compuestos orgánicos e inorgánicos de N al ser tratados con un agente oxidante en un termoreactor se transforman en nitratos (método de Koroleff)



2. Determinación de nitratos: los nitratos, en medio sulfúrico forman un derivado del ácido benzoico, un nitrocompuesto rojo, que se determina espectrofotométricamente.

Este método es aplicable a concentraciones de 0.5 a 15 mg/L de N. La disgregación es análoga a DIN EN ISO 11905-1.

#### Material necesario:

- Cubeta de reacción
- Cubeta de medida
- Pipetas de 2 y 10 mL
- Agua destilada
- Espectrofotómetro UV-VIS
- Termoreactor

#### Reactivos:

- Reactivo N-1K, Peroxodisulfato de Potasio, K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>
- Reactivo N-2K, Hidróxido de sodio, NaOH
- Reactivo N-3K, Ácido 3,5 dihidroxibenzoico, C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>

#### Procedimiento experimental:

##### 1. Disgregación

- Pipetear 10 mL de muestra en una cubeta de reacción

- Añadir 1 microcuchara rasa de reactivo N-1K y mezclar
- Añadir 6 gotas de reactivo N-2K y mezclar
- Calentar la cubeta durante 1 hora a 120°C en termoreactor precalentado
- Dejar enfriar y agitar otra vez por balanceo
- Añadir 1 microcuchara rasa del reactivo N-3K y agitar vigorosamente durante 1 min hasta que se disuelva completamente

#### 2. Determinación de la concentración de nitratos

- Añadir con la pipeta, 1.5 mL de muestra preparada, lenta y cuidadosamente en un tubo de reacción
- Dejad en reposo durante 10 min
- Medir la muestra en el espectrofotómetro

La fracción de Nitrógeno Total soluble (NT<sub>Sol</sub>) se realiza de la misma manera sobre el filtrado de la muestra.

#### 4.2.1.2. Fósforo

En el agua podemos encontrar distintas formas de fósforo en la fracción soluble (Poli-P, P-PO<sub>4</sub> y P<sub>org</sub>) mientras que la fracción suspendida corresponde a P<sub>org</sub> (Figura 4.5.).

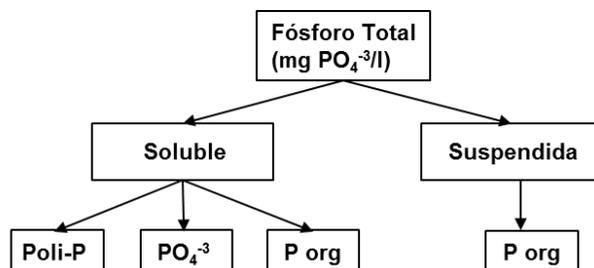


Figura 4.5. Clasificación de las distintas formas de fósforo

Para la determinación de las especies de fósforo en la fracción soluble la muestra ha de ser previamente filtrada con filtros de tamaño de poro de 0.45 µm.

### Determinación de la concentración de P-PO<sub>4</sub>.

En solución sulfúrica los iones ortofosfato forman, con vanadato amónico y heptamolibdato amónico, ácido molibdatovanadatofosfórico de color amarillo anaranjado que se determina espectrofotométricamente.

Este método es aplicable a concentraciones de 1 a 30 mg P-PO<sub>4</sub>/L, con cubeta de medida de 1 cm.

#### Material necesario:

- Cubeta de reacción
- Cubeta de medida de 1cm
- Pipetas de 2 y 5 mL
- Agua destilada
- Espectrofotómetro UV-VIS

#### Reactivos:

- Reactivo PO<sub>4</sub>-1,  
Ácido sulfúrico, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
Amonio monovanadato, NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub>

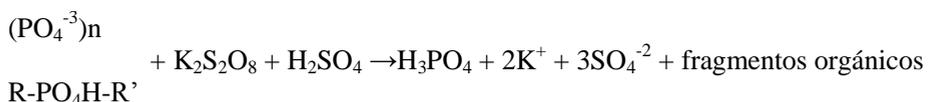
#### Procedimiento experimental:

- Pipetear 5 mL de muestra en una cubeta de reacción
- Añadir con pipeta 1.2 mL de reactivo PO<sub>4</sub>-1 y mezclar
- Verter la mezcla en la cubeta de medida correspondiente y medir en espectrofotómetro

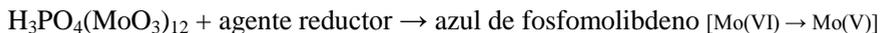
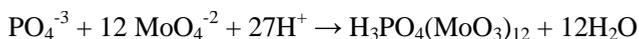
### Determinación de Fósforo Total.

El análisis de fósforo total en una muestra agua se realiza en dos partes. En primer lugar se realiza la disgregación de la muestra, donde las diferentes especies de fósforo pasan a ortofosfatos, y posteriormente se realiza la determinación espectrofotométrica de este compuesto.

1. Disgregación. Los polifosfatos y compuestos orgánicos de fósforo se pueden convertir a la forma de ortofosfato por hidrólisis en ácido sulfúrico y digestión con peroxodisulfato.



2. Determinación de los ortofosfatos. En medio sulfúrico los iones ortofosfato forman con los iones molibdato ácido monolibdofosfórico. Este último, con ácido ascórbico, se reduce a azul de fosfomolibdeno, que se determina fotométricamente.



El procedimiento es análogo a EPA 365.2, APHA 4500-P y ISO 6878.

Este método es aplicable a concentraciones de 0.05 a 5 mg P-PO<sub>4</sub>/L (con cubetas de 1 cm).

Material necesario:

- Cubeta de disgregación
- Cubeta de reacción
- Pipetas de 5 mL
- Agua destilada
- Termoreactor
- Espectrofotómetro UV-VIS

Reactivos

- Reactivo P-1K, mezcla formada por:  
Nitrato sódico, NaNO<sub>3</sub>  
Peroxodisulfato de dipotasio, K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>
- Reactivo P-2K, Ácido sulfúrico, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- Reactivo P-3K, Ácido ascórbico, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>

Procedimiento experimental:

1. Disgregación

- Pipetear 5 mL de muestra en una cubeta de reacción
- Añadir 1 dosis del reactivo P-1K. Cerrar la cubeta y mezclar
- Calentar la cubeta durante 30 min a 120 °C en el termoreactor precalentado
- Dejar enfriar a temperatura ambiente la cubeta cerrada

## 2. Determinación de los ortofosfatos

- Tras la disgregación de la muestra, agitar bien la cubeta enfriada. Añadir 5 gotas del Reactivo P-2K, cerrar firmemente la cubeta y mezclar
- Añadir 1 dosis del Reactivo P-3K y agitar vigorosamente la cubeta firmemente cerrada hasta que el reactivo se haya disuelto completamente
- Dejar en reposo 5 min (tiempo de reacción) y luego medir la muestra en el espectrofotómetro (En caso de elevado contenido de cloruros se recomienda invertir el orden de los reactivos P-2K y P-3K)

### 4.2.2. Materia orgánica

#### 4.2.2.1. Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La DQO es la cantidad de oxígeno requerido para oxidar por vía química la materia orgánica de una muestra, sea de agua natural, residual municipal o industrial, a  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2$ ,  $\text{N-NH}_4$ ,  $\text{P-PO}_4$ ,  $\text{SO}_4^{-2}$ , etc. La DQO determina la cantidad total de materia orgánica incluyendo tanto la parte biodegradable (que se puede determinar con la DBO) como la parte no biodegradable.

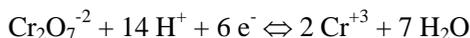
Determinación de la DQO por el método Standard de oxidación con dicromato.

Se utiliza el dicromato potásico ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) como agente oxidante en el método de reflujo porque es un oxidante fuerte aplicable a una gran variedad de muestras y es de fácil aplicación. La eficacia de oxidación es del orden del 95-100% del valor teórico.

Este método es aplicable a valores de DQO comprendidos entre 50 y 800 mg  $\text{O}_2/\text{L}$ . Para valores de DQO superiores habrá que diluir la muestra antes de iniciar su determinación. Conviene diluir lo estrictamente necesario para no aumentar innecesariamente la imprecisión en la determinación de esta medida.

Este ensayo se lleva a cabo por calentamiento bajo condiciones de reflujo total de un determinado volumen de muestra con exceso de dicromato, en presencia de ácido sulfúrico con una pureza del 96%. El periodo de reflujo estándar es de 2 horas. Un tiempo de reflujo superior implicaría un valor de la DQO superior, dado que ésta continúa aumentando hasta las 7 horas, tiempo para el que se suele estabilizar.

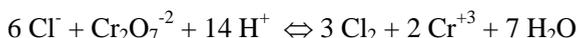
La reacción que tiene lugar es la siguiente:



donde el dicromato (de color naranja amarillento) oxida la materia orgánica reduciéndose a  $\text{Cr}^{+3}$  (de color verde).

- Interferencias

La presencia de cloruros (Cl<sup>-</sup>) es la principal interferencia en esta determinación analítica, y es debida a que parte del Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>-2</sup> actúa oxidándolos según la siguiente ecuación:



y, cuando esto sucede, los iones cromo se consumen, pero no en la oxidación de la materia orgánica, obteniendo como consecuencia resultados erróneos en la posterior valoración con el dicromato (1 mgCl/L es equivalente a 0.226 mgO<sub>2</sub>/L de DQO).

Así mismo, los cloruros pueden precipitar con la plata (Ag<sup>+</sup>) añadida como catalizador. Esta interferencia se reduce, pero no se elimina totalmente, añadiendo sulfato de mercurio (HgSO<sub>4</sub>), compuesto tóxico, a la mezcla en la proporción 10:1 HgSO<sub>4</sub>:Cl<sup>-</sup> antes de la ebullición a reflujo, dando lugar a la formación de cloromercuriato soluble.

Para determinar la concentración de cloruros presentes en la muestra en la que queremos conocer su DQO, se lleva a cabo el siguiente ensayo:

- Se valora la muestra con nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub>) 0.0141 N y con indicador cromato potásico. Si se utiliza un volumen de muestra de 50 mL hay que multiplicar el volumen gastado por 10, y si utilizamos 25 mL, por un factor de 5
- La cantidad de HgSO<sub>4</sub> que se añade en el ensayo estándar de DQO (1 g para 50 mL de muestra) permite acomplejar hasta 2000 mgCl/L, evitando así esta interferencia. En caso de esperarse concentraciones de Cl<sup>-</sup> mayores, es necesario determinarlas y añadir la dosis de HgSO<sub>4</sub> necesaria

Otra interferencia del método de determinación de la DQO, son los nitritos. El nitrito ejerce una DQO de 1.14 mgO<sub>2</sub>/mgN-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>. Debido a que las concentraciones de N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup> en el agua residual no suelen ser superiores a 1 ó 2 mgN-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>/L, esta interferencia se suele despreciar. La forma de eliminarla, en caso de que fuera necesario, sería añadir 10 mg de ácido sulfámico por cada mg de N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup> en el tubo de reflujo, es decir, en la dilución final. La misma cantidad debe ser añadida a la disolución estándar de dicromato utilizada en el blanco de agua destilada.

Material necesario:

- Bloque digestor
- Tubos condensadores con boca esmerilada
- Varillas
- Pipetas

Reactivos:

- Sulfato de mercurio (II), (HgSO<sub>4</sub>)
- Ácido sulfúrico concentrado, (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- Ortofenantrolina (ferroína),  
Disolver 1.485 g de 1-10 ortofenantrolina monohidratada (C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O) + 0.695 g de sulfato ferroso (FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O) en 100 mL de agua destilada
- Dicromato potásico 0.25 N,

- Bureta
- Embudo de sólidos
- Matraz erlenmeyer de 250 mL
- Disolver 12.259 g de dicromato potásico ( $K_2Cr_2O_7$ , desecado a  $103^\circ C$  durante 2h) en 1 L de agua destilada
- Disolución de Sulfato de plata/Ácido sulfúrico, Disolver 10 g de sulfato de plata ( $Ag_2SO_4$ ) en 1 L de ácido sulfúrico concentrado
- Sal de Mohr 0.25 N, Disolver 98 g de Sal de Mohr ( $Fe(SO_4)_2(NH_4)_2 \cdot 6H_2O$ ) + 20 mL de ácido sulfúrico concentrado en 1L de agua destilada. Esta solución debe titularse con disolución de  $K_2Cr_2O_7$  el día de su empleo, pues pierde actividad con el tiempo debido a la oxidación por el aire. La forma de llevar a cabo esta valoración se detalla en el procedimiento experimental.



**Figura 4.6. Material utilizado en la determinación de la DQO**

**ADVERTENCIA.** En este ensayo se manipulan y se someten a ebullición soluciones de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) y dicromato potásico ( $K_2Cr_2O_7$ ). Es necesario y obligatorio utilizar medidas de protección de la cara y manos. En caso de accidente, el remedio más eficaz es el lavado abundante con agua.

La adición de ácido sulfúrico concentrado al agua y la agitación de los frascos debe realizarse siempre con precaución y con refrigeración de los tubos de reflujo. Para ello se puede agitar de forma suave bajo el grifo de la pila del laboratorio.

Para la preparación y manipulación de soluciones que contienen sulfato de plata y sulfato de mercurio (II) es necesario tomar precauciones ya que son sustancias tóxicas.

Los reactivos utilizados contienen sales de mercurio, de plata y de cromo. Las sales de mercurio descargadas en las corrientes receptoras pueden transformarse, por la acción

de bacterias, en compuestos de metilmercurio muy tóxicos. Los residuos generados durante la determinación experimental de la DQO deben ser recogidos en depósitos destinados a tal efecto para ser posteriormente correctamente gestionados.

#### Procedimiento experimental

El procedimiento experimental se puede ver en el siguiente video educativo que se encuentra en el repositorio RIUNET:

<https://media.upv.es/player/?id=dbe38520-5bec-11e7-9b6d-8d718586122a>

Además, también se describe en los siguientes párrafos el procedimiento experimental para que se pueda consultar directamente en este libro.

Hay que realizar paralelamente dos ensayos, uno para la muestra cuya DQO se quiere conocer y otro para el blanco (en el que en lugar de muestra se añade agua destilada). El volumen de agua destilada para realizar el blanco debe ser igual al volumen de muestra utilizado. Por otra parte, es recomendable realizar el ensayo por triplicado para cada muestra.

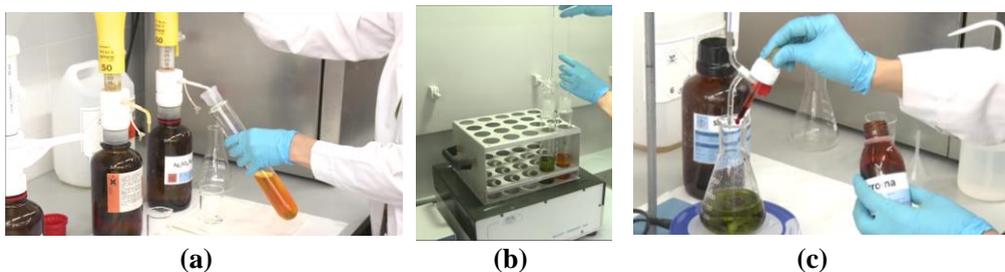
A continuación, se describe el procedimiento experimental a seguir y se muestran algunas fotografías del procedimiento (Figura 4.7):

- Tomar 20 mL de muestra. Añadir 0.4 g de sulfato de mercurio y 2 mL de ácido sulfúrico. El ácido sulfúrico debe añadirse lentamente, agitando para disolver el sulfato de mercurio
- Añadir después 10 mL de disolución de dicromato potásico 0.25 N e introducir la varilla en el tubo
- Añadir, con mucho cuidado y enfriando el tubo bajo el grifo de la pila del laboratorio, 28 mL de disolución ácido sulfúrico/sulfato de plata. La adición de la disolución ha de hacerse vertiendo el líquido sobre las paredes internas del tubo, no directamente sobre el líquido acumulado en su interior, para evitar posibles salpicaduras por la reacción. Finalmente se coloca el refrigerante/condensador sobre el tubo
- Agitar suavemente el tubo para homogeneizar su contenido

Si la muestra toma un color verde-azulón intenso significa que la muestra tiene más materia orgánica de la que el método permite cuantificar (50 – 800 mgO<sub>2</sub>/L). Debido a esto no se produce un exceso de Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>-2</sup>, sino que pasa todo a Cr<sup>+3</sup> antes de la digestión. En este caso es necesario hacer una dilución previa de la muestra (60%, 50%, etc.). No es conveniente diluir demasiado, ya que se introduciría mucha imprecisión al

multiplicar por el factor de dilución (cuanto mayor es la dilución, mayor es la imprecisión).

- Colocar los tubos en el digestor y mantenerlos a temperatura de 140°C durante 2 horas, estando la muestra bajo condiciones de reflujo total. Pasadas las 2 horas, sacar los tubos del digestor y dejar enfriar a temperatura ambiente. Una vez fría la muestra se continúa con la determinación
- Verter el contenido del tubo en un matraz erlenmeyer de 250 mL, completando al doble de su volumen con agua destilada ( $\approx 60$  mL agua destilada). Esta agua se utiliza para limpiar el tubo de los restos de muestra que pudieran quedar
- Añadir 3 gotas de indicador ferroína (es importante añadir el mismo número de gotas a todas las muestras que se vayan a valorar)
- Llenar la bureta con sal de Mohr y valorar el exceso de dicromato de la muestra hasta viraje de color verde a marrón-rojizo



**Figura 4.7. Imágenes del procedimiento experimental para la determinación de la DQO: (a) adición de la disolución de  $H_2SO_4/Ag_2SO_4$ , (b) digestión ácida a 140°C en condiciones de reflujo total y (c) adición del indicador ferroína**

El método recomendado para valorar la sal de Mohr es el siguiente:

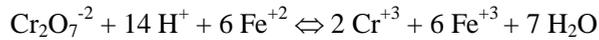
- Valorar primero el blanco de agua destilada hasta obtener color marrón, habiéndose consumido un volumen  $V_1$  de sal de Mohr cuya normalidad se desea comprobar. Añadir sobre el blanco valorado, 10 mL de disolución de dicromato 0.25 N y volver a valorar. Si el volumen gastado en la segunda valoración es  $V_0$ , la normalidad de sal de Mohr,  $N'$ , vendrá dada por:

$$10 \cdot 0.25 = V_0 \cdot N'$$

**Ecuación 4.4**

El color marrón que aparece después de la valoración es debido a la formación de un complejo del ión ferroso con la fenantrolina.

La oxidación de la sal de Mohr con el dicromato en presencia de fenantrolina es:



La cantidad de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$  es fija y, a medida que se va añadiendo sal de Mohr durante la valoración se va consumiendo hasta que se produce un exceso de  $\text{Fe}^{+2}$  que da lugar al complejo de color marrón-rojizo de  $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3^{+2}$ .

#### Cálculo de la DQO

El valor de la DQO en miligramos de oxígeno por litro ( $\text{mgO}_2/\text{L}$ ) se calcula a partir de la diferencia entre la cantidad de oxidante inicialmente añadida y la restante tras ser convenientemente transformada.

$$\text{DQO (mg O}_2/\text{L)} = 8000 (V_1 - V_2) N' / V_3 \quad \text{Ecuación 4.5}$$

Donde:

8000 = es el peso equivalente del oxígeno en mg

$V_1$  = es el volumen en mL de sal de Mohr utilizada para valorar **el blanco**

$V_2$  = es el volumen en mL de sal de Mohr utilizada para valorar **la muestra**

$V_3$  = el volumen en mL de muestra

$N'$  = es la normalidad real de la sal de Mohr utilizada

#### 4.2.2.2. Demanda Biológica de Oxígeno (DBO)

Se define la Demanda Biológica de Oxígeno (DBO) como la cantidad de oxígeno utilizada por los microorganismos heterótrofos en el proceso de degradación biológica de la materia orgánica presente en el agua. Permite determinar la parte biodegradable de la materia orgánica presente en una muestra.

El consumo de oxígeno en una muestra de agua residual es debido principalmente a tres clases de compuestos:

- Compuestos orgánicos carbonáceos utilizados por los organismos heterótrofos aerobios como fuente de alimento (DBO carbonosa)
- El amoníaco y otros compuestos de nitrógeno reducidos ( $\text{N-NH}_4$ ,  $\text{N-NO}_2$  y  $\text{N}_{\text{orgánico}}$ ) que son oxidados a nitrato por las bacterias nitrificantes (género, *Nitrosomonas* y *Nitrobacter*), consumiendo oxígeno ya que estas bacterias autótrofas son aerobias (DBO no carbonosa; DBO nitrogenosa)
- Materiales inorgánicos  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2^-$ , etc., que se oxidan con el oxígeno disuelto (DBO no carbonosa)

La determinación de la DBO incluye, en principio, tanto la DBO carbonosa como la no carbonosa. El consumo de oxígeno para la oxidación de compuestos nitrogenados es lento, comenzando a ejercerse la DBO nitrogenosa ( $DBO_N$ ) normalmente a partir de los 5-6 días de ensayo. Si se considera que puede aparecer antes, puede ser inhibida empleando un agente inhibidor como la tiourea, la aliltiourea o la 2-cloro-6-triclorometilpiridina.

Los principales productos finales de la oxidación carbonosa de la materia orgánica son dióxido de carbono, amoníaco y agua.

El objetivo de esta determinación es obtener la DBO carbonosa. El valor de la DBO límite ( $DBO_L$ ) se obtiene aproximadamente a los 20 días, pero es habitual utilizar como valor estándar el valor de la DBO a los 5 días ( $DBO_5$ ).

En una muestra de agua existe una cierta cantidad de materia orgánica (a esta materia orgánica nos referimos como alimento o sustrato) y de microorganismos (consumidores). Si medimos el oxígeno disuelto (OD) al tiempo 0 ( $t_0$ ) y al tiempo t, la diferencia entre  $(OD)_t$  y  $(OD)_{t_0}$  representa, indirectamente, el gradiente de actividad biológica que ha tenido lugar en el intervalo  $(t - t_0)$ . Esta actividad biológica, responsable del consumo de oxígeno es, a su vez, una función de la cantidad de materia nutritiva transformada por los procesos biológicos, en el mismo intervalo de tiempo. Así, la DBO en miligramos de oxígeno por litro ( $mgO_2/L$ ), para un intervalo de tiempo determinado se calcula como la diferencia entre  $(OD)_{t_0}$  y  $(OD)_t$ .

Para representar la evolución temporal de la DBO se asume un modelo cinético de primer orden, es decir, se considera que la materia orgánica (MO) se degrada de manera proporcional a la cantidad de MO que hay en cada momento. Para que esta consideración sea cierta, debe haber exceso tanto de oxígeno como de nutrientes, para que la reacción de degradación no se encuentre limitada en ningún momento. En este modelo se supone que el consumo de oxígeno es sólo función de la MO que queda en cada instante:

$$dMO/dt = -k'MO \qquad \text{Ecuación 4.6}$$

Donde:

MO = es la Materia Orgánica que todavía queda por degradar ( $mg O_2/L$ ), también se le suele denominar DBO residual

$k'$  = es la constante de la reacción ( $d^{-1}$ ). Cuanto mayor es su valor, más rápido se degrada la materia orgánica y, por tanto, más rápido se consume el oxígeno disuelto presente. Por tanto, valores altos de  $k'$  reflejan sustratos de alta biodegradabilidad y valores bajos, son indicativos de baja biodegradabilidad

t = es el tiempo (d)

Integrando la ecuación anterior entre  $t=0$ , inicio del ensayo, momento en el que toda la materia orgánica está por degradar y, por tanto,  $MO=DBO_L$ , y  $t=t$  se tiene la siguiente expresión:

$$MO_t = DBO_L e^{-k't} \quad \text{Ecuación 4.7}$$

Para conocer el oxígeno que se ha consumido hasta el instante  $t$ , es decir, la  $DBO_t$ , basta calcular la diferencia entre la materia orgánica que hay al inicio ( $MO_0$  ó  $DBO_L$ ) y materia orgánica que queda por degradar en el instante  $t$  ( $MO_t$ ):

$$DBO_t = DBO_L - MO_t = DBO_L (1 - e^{-k't}) \quad \text{Ecuación 4.8}$$

En la determinación experimental de la DBO, se puede observar que la curva real de la DBO presenta, en ocasiones, algunas diferencias con respecto a la ecuación matemática obtenida que acabamos de mostrar. Por una parte, se puede producir un escalón de cierta entidad hacia el cuarto o quinto día, que es debido al proceso de nitrificación del amonio presente en la muestra (o el generado durante la propia hidrólisis de los compuestos orgánicos). Por otra parte, el inicio del consumo de oxígeno se puede retrasar un cierto tiempo, debido a la necesidad de adaptación de los microorganismos al sustrato, o incluso a que toda la componente orgánica sea particulada, y hasta que el proceso de hidrólisis no haya generado una cierta cantidad de materia orgánica soluble, no empieza el consumo de oxígeno por parte de los microorganismos heterótrofos.

En la Figura 4.8 se muestra una representación de la evolución de la DBO con el tiempo. Como se puede observar, el valor de la DBO crece exponencialmente hasta los 5 días llegando a representar entre el 55 y el 97% de la  $DBO_L$ . A partir de los 5 días, la DBO crece ligera y asintóticamente.

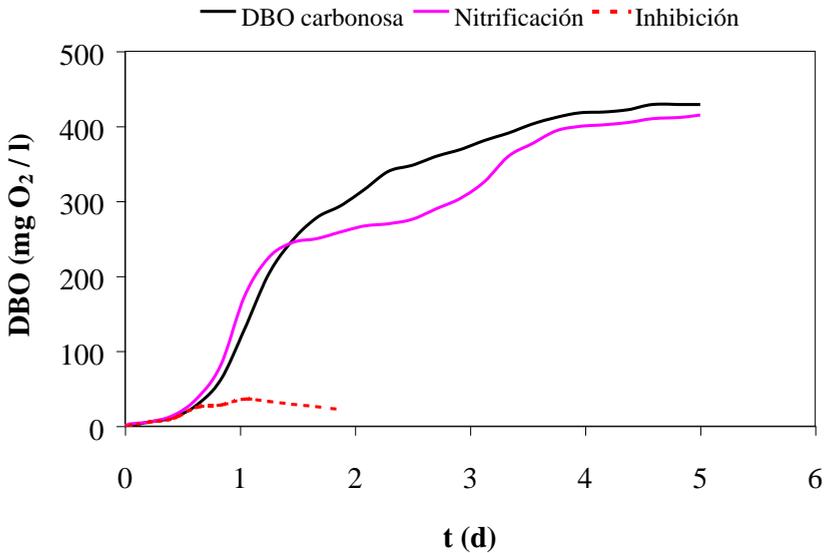


Figura 4.8. Evolución de la DBO con el tiempo

Todos los procesos biológicos se ven afectados por la temperatura. Por este motivo, el ensayo para la determinación de la DBO se debe realizar a una temperatura constante, que por convenio se ha fijado en 20° C. Es posible estimar el valor de la constante cinética de la reacción a otra temperatura mediante la ecuación de Vant'Hoff-Arrhenius:

$$k_T = k_{20} \theta^{(T-20)} \quad \text{Ecuación 4.9}$$

Donde:

$k_{20}$  = es la constante de la reacción a 20°C (d<sup>-1</sup>)

$k_T$  = es la constante de la reacción a la temperatura de T°C (d<sup>-1</sup>)

$\theta$  = es la constante de corrección por temperatura (en torno a 1.056)

Método manométrico para la determinación de la DBO.

Existen varios métodos para la determinación de la DBO, siendo uno de los más usados actualmente el método manométrico. En este método se coloca la muestra en un recipiente cerrado, donde se ha colocado una cápsula conteniendo un absorbente (hidróxido de sodio) para la eliminación del dióxido de carbono formado durante el proceso de degradación de la MO (de forma que el O<sub>2</sub> consumido no sea reemplazado por el CO<sub>2</sub> producido y se genere una depresión en la botella). Este recipiente se conecta con un manómetro de forma que el consumo de oxígeno queda reflejado en una disminución de la presión. La temperatura es mantenida constante e igual a 20°C durante todo el proceso.

Material necesario:

- Armario termostático
- Botellas de incubación
- Tapones de caucho con receptáculo para NaOH
- Agitadores magnéticos
- Pipetas
- Matraces truncados
- pHmetro
- Sistema de medición respirométrica (Oxítóp®)
- Plataforma de agitación

Reactivos:

- Disolución de fosfatos, Disolver 8.493 g de monohidrógeno fosfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) y 2.785 g de dihidrógeno fosfato de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) en 1L de agua destilada.
- Disolución de sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4$ ) de concentración 20 g/L
- Disolución de cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ ) de concentración 25 g/L
- Disolución de cloruro férrico ( $\text{FeCl}_3$ ) de concentración 1.5 g/L
- Disolución de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) de concentración 2 g/L
- Disolución de tiourea ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ) de concentración 5 g/L
- Hidróxido de sodio (NaOH) en lentes y 0.5M
- Ácido Clorhídrico (HCl) 0.5M

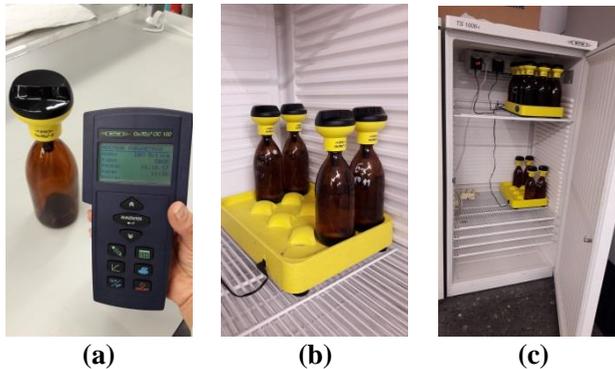
*Procedimiento experimental*

Se describe en los siguientes párrafos el procedimiento experimental. Generalmente la DBO, que es la parte biodegradable de la materia orgánica, se encuentra, en el caso de un agua residual típica urbana, entre un 50 - 60% de la DQO de la muestra analizada. Por tanto el volumen de la muestra a tomar depende del valor de la DBO esperado y éste puede seleccionarse consultando la siguiente tabla. Conforme mayor es el valor de la DBO límite esperada, menor es el volumen de muestra que se pone en el ensayo para que quede suficiente oxígeno en la botella de incubación como para no limitar en ningún momento el proceso de degradación de la MO por parte de las bacterias heterótrofas.

**Tabla 4.1. Relación entre el volumen de muestra y la DBO<sub>L</sub> esperada.**

DBO <sub>L</sub> esperada (mg/L)	Volumen de muestra (mL)
0 - 40	432
0 - 80	365
0 - 200	250
0 - 400	164
0 - 800	97
0 - 2000	43.5
0 - 4000	22.7

Previamente a la toma del volumen de muestra, debe comprobarse que el pH se encuentra dentro del intervalo 7-9, que es el adecuado para que se desarrollen los microorganismos heterótrofos. En caso de que no esté en este intervalo habrá que acidificar o basificar según sea el caso con hidróxido sódico (0.5M) ó con ácido clorhídrico HCl (0.5M).



**Figura 4.9. Imágenes del procedimiento experimental para la determinación de la DBO: (a) botella con cabezal Oxitop® y controlador para lectura de los valores de DBO, (b) sistema respirométrico Oxitop en plataforma de agitación y (c) armario termostático para realizar DBO**

Si la muestra que se quiere analizar no es de agua residual doméstica habrá que sembrarla añadiendo 0.1 mL de muestra de un inóculo de microorganismos heterótrofos (fangos biológicos de depuración). Esto se hace con el objeto de que en el agua existan

los microorganismos necesarios para que tenga lugar la degradación de la materia orgánica.

Cuando no se conoce de manera aproximada el rango esperado para la  $DBO_L$ , conviene tomar al menos dos volúmenes distintos de muestra para evitar que la medida se salga de escala por haber previsto un valor inferior al de la muestra.

Si se desea inhibir el consumo de oxígeno por parte de las bacterias autótrofas nitrificantes, lo que se conoce como  $DBO_N$ , se debe añadir suficiente cantidad de tiourea como para tener una concentración final de 5 mg/L en la botella de incubación en la que se realiza la determinación experimental.

A continuación, se añaden las sales para proporcionar nutrientes a los microorganismos heterótrofos y, así, asegurar que no hay limitación de su crecimiento por la falta de alguno de ellos. La proporción en la que se deben añadir es la siguiente:

Sulfato de magnesio: 0.1 mL

Cloruro cálcico: 0.1 mL

Cloruro amónico: 0.1 mL

Cloruro férrico: 0.1 mL

Fosfatos: este volumen se calculará según la siguiente expresión:

$$V_{fosfatos}(mL) = 2,75 * 10^{-2} * V_{muestra}(mL) * DQO(mg/L) / 9318 \quad \text{Ecuación 4.10}$$

Debe tenerse en cuenta que durante el proceso de degradación de la materia orgánica también se produce dióxido de carbono. Con objeto de que éste no afecte en el valor de la DBO, se coloca en los tapones de goma varias lentejas de hidróxido de sodio, 3 ó 4 lentejas, que absorben el  $CO_2$  producido.

Una vez sembradas las botellas de incubación del ensayo y añadidos los nutrientes a las muestras, se colocan los tapones de goma y los cabezales oxitop® en las botellas y se activan las muestras tal y como indica el manual del sistema respirométrico. Posteriormente, se introducen en el armario termostático para mantener la temperatura constante e igual a 20°C durante todo el tiempo del ensayo.

### *Presentación de resultados*

Los valores de la DBO que interesa conocer corresponden a la lectura manométrica a los 5 días ( $DBO_5$ ) y a los 20 días ( $DBO_L$ ).

Debe seguirse la evolución de la DBO diariamente, comprobando que los valores siguen la tendencia esperada. Conviene representar gráficamente los valores obtenidos para visualizar la evolución del consumo de oxígeno en las muestras realizadas y así

determinar si es razonable o si se produce alguna anomalía como consecuencia de algún problema durante el ensayo.

El resultado final de DBO para una muestra corresponde a la media aritmética de las distintas réplicas (se recomienda hacer por triplicado, aunque muchas veces sólo se hacen por duplicado), siempre y cuando no haya motivos para considerarlos como no válidos (valores muy dispares, el valor de la DBO no aumenta de forma continua con el tiempo, etc.).

### 4.3. Resultados

A partir de los valores obtenidos para las distintas fracciones de nitrógeno medidas se calcula el resto completando todas las formas de nitrógeno existentes.

$N_{TOTAL}$			
N-Kjenldahl		N-Nítrico	
$N_{org}$	N-NH <sub>4</sub>	N-NO <sub>2</sub>	N-NO <sub>3</sub>
Suspendido	Soluble		

A partir de los vales obtenidos para las distintas fracciones de fósforo medidas se calcula el resto completando todas las formas de fósforo existentes.

$P_{TOTAL}$		
$P_{org}$	POLI-P	P-PO <sub>4</sub>
Suspendido	Soluble	

Para analizar los resultados de la DBO es conveniente rellenar una tabla con los valores del oxígeno consumido (DBO en mg O<sub>2</sub>/L) con el tiempo.

Además es importante anotar cualquier acontecimiento que haya sucedido durante el periodo de ensayo para poder interpretar mejor los resultados posteriormente.

Con las lecturas del oxígeno consumido (DBO en mg O<sub>2</sub>/L) a lo largo del tiempo se puede construir un gráfico que muestre la evolución del parámetro.

<b>Tiempo (d)</b>	<b>DBO (mg O<sub>2</sub>/L)</b>	<b>Comentario (si procede)</b>
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		
13		
14		
15		
16		
17		
18		
19		
20		

# Capítulo 5

# Parámetros Biológicos del Agua

## 5.1. Introducción

La calidad del agua también está relacionada con los organismos presentes en ella en un momento determinado puesto que su desarrollo vital puede influir y modificar los parámetros físicos y químicos vistos anteriormente o pueden incluso ser ellos mismos vectores de transmisión de enfermedades.

La identificación y cuantificación de los organismos presentes en una masa de agua es una tarea ardua y que requiere de personal altamente especializado. Por ello, para determinar la calidad o el uso que pueda tener una masa de agua se utilizan especies de organismos indicadores que son fácilmente identificables y medibles. La presencia de estas especies indicadoras aporta información sobre el estado del medio acuático de una forma rápida, sencilla y fiable.

Algunos ejemplos de organismos indicadores para aguas naturales son las diatomeas y los dinoflagelados. La presencia de determinadas especies de estos organismos indica eutrofización por vertidos de origen antrópico (por ejemplo, por vertido de aguas residuales sin tratar, escorrentías de vertederos, etc.). Cuando los dinoflagelados proliferan en exceso pueden provocar cambios en la coloración del agua del ecosistema acuático (hacia rojizo), y pueden producir toxinas (normalmente como mecanismo de defensa), lo que supone una amenaza para la salud de las personas.

Cuando la identificación y cuantificación de estos organismos microscópicos no se puede realizar de forma rutinaria se utilizan sus pigmentos fotosintéticos (clorofila)

como indicadores. Para agua residual tratada los indicadores de calidad pueden ser la presencia de bacterias de la especie *Escherichia coli*, o del género *Salmonella*. Ambas especies son indicadoras de la presencia de contaminación fecal en el agua muestreada, por lo que su detección en el agua para captaciones de abastecimientos indica la necesidad de su desinfección antes de ponerla a disposición de los abonados.

### 5.1.1. Clorofila

Las clorofilas son pigmentos fotosintéticos ubicados en los tilacoides de los cloroplastos de aquellos organismos fotoautótrofos como cianobacterias, algas y plantas superiores. La función principal de las clorofilas es transformar la energía lumínica en energía química en un proceso denominado fotosíntesis. Existen distintos tipos de clorofila (*a*, *b* y *c*) que absorben a diferentes longitudes de onda del espectro visible (Clorofila *a*: 440-675 nm; Clorofila *b*: 470-650; Clorofila *c*: 461-664 nm) Figura 5.1.

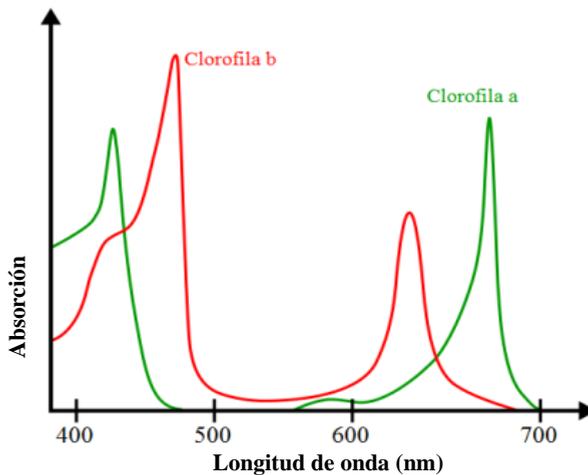
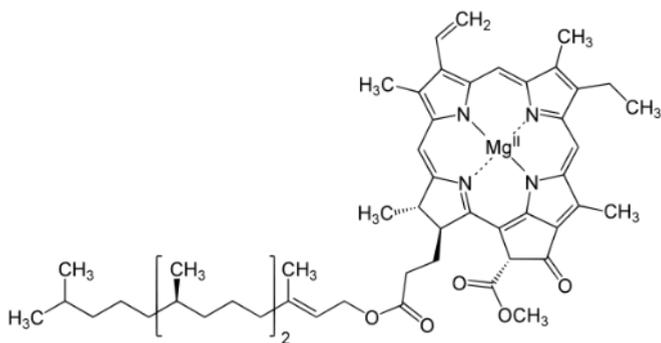


Figura 5.1. Espectro de absorción de la clorofila *a* y la clorofila *b*

La molécula de la clorofila está formada por un núcleo porfirínico de cuatro anillos pirrol en cuyo centro se sitúa un átomo de Magnesio (Figura 5.2). Además, poseen un grupo fitol rico en grupos metilo  $\text{CH}_3$  que forma una cadena lateral. La clorofila *a* y *b* se diferencian en un único radical. La clorofila *c* tiene una estructura semejante a las anteriores, pero carece del grupo fitol.



**Figura 5.2. Estructura de la molécula de clorofila**

Puesto que la clorofila está presente en todos los organismos fotosintéticos y es un parámetro fácil de determinar ha sido ampliamente utilizada como un indicador de la biomasa de los sistemas acuáticos y de la calidad del agua.

En sistemas acuáticos los valores altos de clorofila pueden indicar que el sistema está eutrofizado. Por tanto, puede indicar que la calidad de ese sistema está deteriorada por un enriquecimiento de nutrientes esenciales para el crecimiento de organismos, principalmente nitrógeno, fósforo y materia orgánica; que provocan una limitación del oxígeno disuelto.

### 5.1.2. Biota

En función de las condiciones ambientales (temperatura, luz, pH, nutrientes etc.) las masas de agua albergan una gran cantidad y diversidad de organismos. Estos organismos deben clasificarse en categorías taxonómicas (especie, género, familia, orden, clase, filo, reino y dominio) utilizando los códigos internacionales de nomenclatura.

Sin embargo, existen otros sistemas de clasificación más utilizados en la práctica que hacen referencia a la posición que ocupan estos organismos en la columna de agua (plancton, necton, bentos, organismos demersales) o a la fuente de energía y carbono que utilizan (fotótrofos, quimiótrofos, autótrofos, heterótrofos).

De cualquier modo, la propia actividad de estos organismos (crecimiento, reproducción, enquistamiento, etc.) pueden afectar a la calidad de las aguas por diversas vías:

- Absorción, exudación y/o excreción de compuestos que modifican las concentraciones de sustancias
- Organismos patógenos cuya presencia en el agua puede transmitir enfermedades
- Producción de sustancias tóxicas para el hombre y los seres vivos

Por todo ello se hace necesario conocer qué tipo de organismos están presentes en una muestra de agua. La identificación de la biota es una tarea complicada en el proceso de análisis del agua y la metodología más ampliamente utilizada es la observación por microscopía óptica de los organismos.

Los principales microorganismos presentes en el agua son:

- Bacteria: Dominio Bacteria/Dominio Archaea, procariotas, unicelulares, autótrofos/heterótrofos
- Algas: Reino Protista, eucariotas, unicelulares, autótrofas
- Protozoos: Reino Protista, eucariotas, heterótrofos, fagótrofos, mixótrofos
  - Rizópodos
  - Ciliados
  - Flagelados
  - Esporozoos
- Metazoos: Reino animal, eucariotas, heterótrofos, pluricelulares
  - Nemátodos
  - Rotíferos
  - Crustáceos
- Hongos: Reino Fungi, heterótrofos, con pared celular de quitina

## 5.2. Determinación de los parámetros biológicos

### 5.2.1. Clorofila

Existen diversos métodos para la determinación de la clorofila:

- método espectrofotométrico
- método fluorométrico
- cromatografía líquida de alta precisión (HPLC)

A continuación, se explica la determinación de la clorofila *a* y *b* utilizando el método espectrofotométrico. Este método está basado en la absorción de luz por parte de los pigmentos a diferentes longitudes de onda (664 nm, 647 nm y 630 nm), en el espectro visible. Además, se mide la absorbancia (DO) a 750 nm que tiene en cuenta la absorbancia no debida a los pigmentos.

Material necesario:

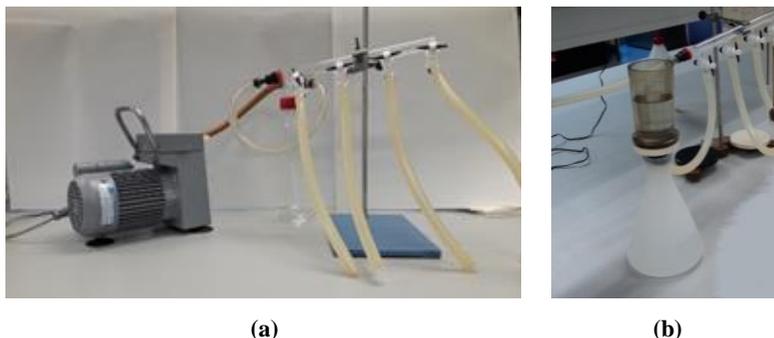
- Filtros de 47 mm de diámetro y 0.45  $\mu\text{m}$  de tamaño de poro
- Embudo magnético
- Kitasatos
- Rampa de filtración
- Bomba de vacío
- Tubos de polietileno para almacenar los filtros
- Pinzas, probetas y papel de aluminio
- Espectrofotómetro UV-VIS
- Centrífuga

Reactivos:

- Acetona al 90%
- Agua destilada

Procedimiento experimental:

- Filtrar un volumen de muestra conocido con el sistema de filtración



**Figura 5.3. Sistema de filtración al vacío: (a) bomba y rampa de vacío; (b) matraz Kitasato y embudo magnético**

- Tomar el filtro con el material particulado, plegarlo y guardarlo en el tubo de polietileno. Cubrir con papel de aluminio
- Congelar a  $-20^{\circ}\text{C}$  un mínimo de 12 h
- Transcurrido este tiempo adicionar 10 mL de acetona al 90%
- Centrifugar el tubo a 2500 rpm durante 5 minutos para separar las dos fases

Sobre el extracto líquido realizaremos las determinaciones de las absorbancias a cuatro longitudes de onda: 630, 647, 664 y 750 nm.

El cálculo de la concentración de clorofila viene determinado por:

$$Cl a \left( \frac{mg}{m^3} \right) = v_e \times [(11,85 \times (DO_1)) - (1,54 \times (DO_2)) - (0,08 \times (DO_3))] / (V_f \times L)$$

**Ecuación: 4.2**

$$Cl b \left( \frac{mg}{m^3} \right) = v_e \times [(21,03 \times (DO_4)) - (5,43 \times (DO_5)) - (2,66 \times (DO_6))] / (V_f \times L)$$

**Ecuación 4.3**

Donde:

$DO_1$  = DO 664nm-DO 750nm

$DO_2$  = DO 647nm-DO 750nm

$DO_3$  = DO 630nm-DO 750nm

$DO_4$  = DO 647nm-DO750nm

$DO_5$  = DO 664nm-DO 750nm

$DO_6$  = DO 630nm-DO 750nm

$V_e$  = Volumen del extracto de acetona (mL)

$V_f$  = Volumen de agua filtrada (L)

$L$  = longitud de paso de la cubeta utilizada que es de 1cm

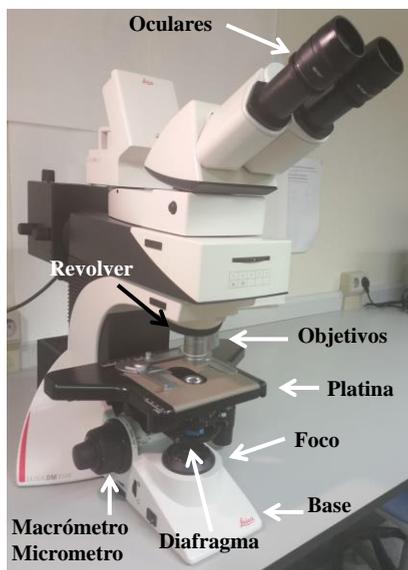
El procedimiento experimental se puede ver en el siguiente video educativo que se encuentra en el repositorio RIUNET:

<https://riunet.upv.es/handle/10251/53651>

### 5.2.2. Biota

Un microscopio es un instrumento óptico que se utiliza para amplificar imágenes. En función del tipo de microscopio y la resolución del mismo las imágenes se podrán ver más o menos amplificadas. El fundamento básico de cualquier microscopio es el mismo. Estos dispositivos utilizan un sistema de lentes y una fuente de luz para ampliar la imagen de pequeños objetos y/o estructuras.

En la siguiente figura se muestran las partes de un microscopio óptico convencional:



**Figura 5.4. Partes de un microscopio óptico convencional**

### Oculares

El ocular es la primera lente que magnifica la imagen de la muestra. Los aumentos de los oculares son generalmente de 5x, 10x, 15x y 20x y están indicados en el lateral de la lente. El aumento total de un microscopio es producto de los aumentos de los dos tipos de lentes que tiene: oculares y objetivos.

Por ejemplo: oculares 10x X objetivos 100x = Aumento real 1000

En la mayoría de los microscopios los oculares son intercambiables de modo que el aumento total del microscopio puede variar.

### Revólver

Es la pieza del microscopio que alberga los distintos tipos de objetivos y permite cambiar fácilmente de uno a otro durante el proceso.

### Objetivos

Están montados sobre el revólver. Son las lentes encargadas de magnificar la muestra que se pretende observar. Existen diversos objetivos, los más comunes son 10x, 40x, 63x y 100x (objetivo de inmersión). Normalmente se suele iniciar la observación de la muestra por el objetivo de menos aumentos y una vez enfocado se van incrementando los aumentos.

El objetivo de 100x se denomina también objetivo de inmersión. Se diferencia del resto de objetivos en que cuando se utiliza sobre la muestra objeto de estudio se debe poner una gota de aceite de inmersión. Esta gota de aceite, que está en contacto con el objetivo, tiene la función de reducir la difracción de la luz cuando esta pasa de un medio a otro.

#### Platina

La platina es la parte del microscopio donde se sitúa la preparación de la muestra para su observación. Este soporte está dotado con dos mandos que permiten el desplazamiento vertical y lateralmente sobre la muestra.

#### Macroméetro/microméetro

Son los mandos concéntricos encargados de realizar el enfoque de la muestra moviendo la platina hacia arriba y hacia abajo. Los dos mandos se sitúan juntos. El más grande de ellos es el macrómetro y sirve para desplazarse rápidamente en la distancia de enfoque mientras que el más pequeño, el micrómetro, proporciona precisión en el enfoque.

#### Diafragma /condensador

Dispositivo situado debajo de la platina que regula el haz de luz que incide en la muestra.

#### Base

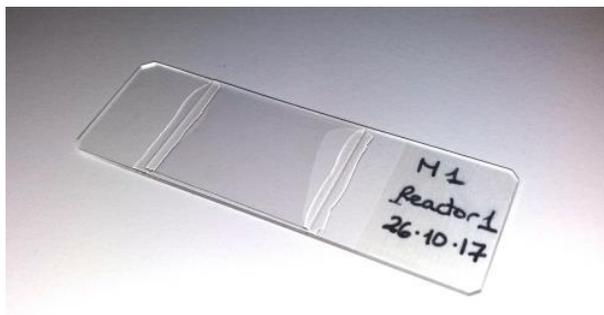
Permite sujetar y estabilizar el microscopio.

#### Foco

Genera la luz y dirige los rayos hacia el sistema condensador.

#### Preparación de la muestra

Una alícuota de la muestra que se quiere observar se coloca sobre el portaobjetos. Estos son láminas rectangulares fabricadas con material transparente (vidrio borosilicatado) que generalmente poseen un tamaño estándar y un espesor variable. Sobre la preparación de la muestra se sitúa el cubreobjetos. Éste es una lámina aún más fina que el portaobjetos, de material también transparente y de tamaño variable. Su función es proteger la muestra de cualquier alteración que puede sufrir.



**Figura 5.5. Preparación de una muestra**

Para la visualización de la muestra se procede de la siguiente manera:

- Se baja la platina completamente
- Se coloca el portaobjetos en la platina y se sujeta con las pinzas metálicas
- Comenzar la observación con el objetivo de menos aumentos
- Realizar el enfoque acercando con cuidado la preparación a la lente objetivo mediante el macrómetro. Para realizar este paso debes mirar al frente y no mediante el ocular para evitar dañar algún elemento
- Cuando ya se sitúen cerca la muestra y el objetivo, mediante los oculares se enfoca la muestra con ayuda del micrómetro. El micrómetro permite enfocar la muestra de forma nítida y los mandos de la platina el desplazamiento en todas las direcciones de la muestra
- Una vez observada la muestra con el primer objetivo, pasar al siguiente objetivo de más aumentos moviendo el revólver. La muestra estará enfocada pero no de forma nítida; utilizando el micrómetro enfocar de nuevo
- Si durante la observación se pierde el enfoque es preferible empezar desde el principio con el objetivo anterior

### 5.3. Resultados

Para poder establecer el valor final de los distintos tipos de clorofila es necesario medir la absorbancia a diferentes longitudes de onda y aplicar la ecuación 4.2 y 4.3.

<b>Pigmentos</b>	<b>Muestra 1</b>	<b>Muestra 2</b>
<b>664nm</b>		
<b>647nm</b>		
<b>630nm</b>		
<b>750 nm</b>		
<b>Clorofila a (mg/m<sup>3</sup>)</b>		
<b>Clorofila b (mg/m<sup>3</sup>)</b>		

# Capítulo 6

# Calidad de Suelos

## 6.1. Introducción

Los suelos constituyen una cubierta delgada en la superficie terrestre, de unos pocos centímetros a varios metros. Como cuerpo natural, el suelo constituye una interfase que permite intercambios entre la litosfera, la biosfera y la atmósfera.

La calidad de un suelo viene determinada por la capacidad de éste para mantener la productividad de los ecosistemas sin perder sus propiedades físicas, químicas ni biológicas (productividad sostenible), mejorar la calidad del aire y del agua (función de depuración) y atenuar y retener la contaminación ambiental (función de protección).

Estimar la calidad de un suelo resulta difícil debido al gran número de propiedades que determinan la utilidad y las funciones del suelo. Estas propiedades son principalmente físicas (textura, estructura, porosidad, densidad aparente, color) y físico-químicas (cambio iónico, acidez y potencial redox).

No obstante mantener los suelos en buen estado contribuye de manera importante a otros aspectos como la biodiversidad, la protección de las aguas y la mitigación del cambio climático.

### 6.1.1. *pH del suelo*

El pH determina el grado de adsorción de iones  $H^+$  por las partículas del suelo e indica si un suelo es ácido o alcalino. El valor del pH en el suelo oscila entre 3.5 (muy ácido) a 9.5 (muy alcalino). El clima, la naturaleza química de la lluvia, la vegetación, las

prácticas de manejo del suelo, las actividades de los organismos (plantas, animales y microorganismos) y la hidrología del lugar condicionan el pH del suelo. Por ejemplo, las acículas de pino son altamente ácidas, y éstas pueden bajar el pH de algunos suelos húmedos.

El pH del suelo determina la disponibilidad de nutrientes para las plantas (Figura 6.1), influyendo en la solubilidad, adsorción e inmovilidad. En un suelo con pH ácido, los iones  $H^+$  reemplazan a los de  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$  y  $K^+$ , los cuales son posteriormente lavados del suelo, disminuyendo la riqueza de nutrientes disponibles. Mientras que en un suelo de pH neutro o básico los iones de  $Ca^{2+}$ ,  $Na^+$  y  $K^+$  reemplazan a los de  $H^+$ . En suelos con pH muy ácido (<5.5) pueden existir cantidades elevadas y tóxicas de aluminio y manganeso causando toxicidad en las raíces, mientras que en suelos muy alcalinos (>8.5) tienden a dispersarse.

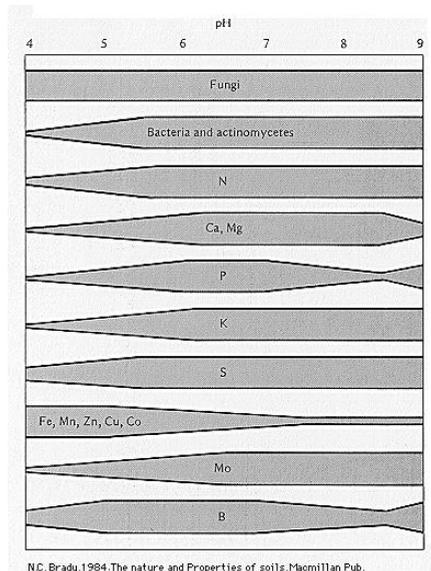


Figura 6.1. Esquema de la disponibilidad de nutrientes para distintos valores de pH del suelo

En la Tabla 6.1 se muestra una clasificación de los suelos en función de su acidez, reflejando su relación con el nivel de desarrollo y posibles problemas para los cultivos que se desarrollen en dichos suelos.

**Tabla 6.1. Clasificación de los suelos según su pH**

<b>pH<sub>H2O</sub></b>	<b>Tipo</b>	<b>Observaciones</b>
< 5.5	Muy ácido	Dificultad para el desarrollo de cultivos y retención de muchos nutrientes.
5.5-6.5	Ácido	
6.5-7.5	Neutro o cercano a la neutralidad	Intervalo óptimo para el crecimiento de los cultivos.
7.5-8.5	Básico	
>8.5	Muy básico	Dificultad para el desarrollo de cultivos; posible aparición de clorosis férrica (falta de hierro en las plantas que puede provocar su completa defoliación).

### 6.1.2. Conductividad

La conductividad eléctrica (CE) es una medida indirecta de la cantidad de sales solubles que contiene un suelo. Éstas son principalmente los cationes  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  asociados con los aniones  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  y  $\text{HCO}_3^-$ . Todos los suelos contienen algo de sales esenciales para el crecimiento de las plantas. Sin embargo, un exceso de éstas puede inhibir el crecimiento, afectar al equilibrio suelo-agua e incluso provocar cierta toxicidad para la vida del suelo.

La CE varía con la temperatura (un 2% por cada °C), por eso su determinación se ha estandarizado a 25°C, y se expresa en dS/m. La conductividad eléctrica de un suelo se puede medir en una disolución suelo-agua 1:5 (CE<sub>1:5</sub>) o en un extracto de pasta saturada (CE<sub>PS</sub>). Para conseguir este extracto, la muestra de suelo se lleva hasta la saturación con agua destilada, durante un tiempo aproximado de dos horas para que alcance el equilibrio. Los valores de CE de un suelo permiten estimar la salinidad de un suelo de forma rápida y sencilla, tal y como se puede ver en la Tabla 6.2.

**Tabla 6.2. Calificación de los suelos según su conductividad eléctrica**

<b>CE 1:5</b>	<b>CE<sub>PS</sub> (dS/m)</b>	<b>Calificativo</b>
< 0.35	<2	No salino
0.35-0.65	2-4	Ligeramente salino
0.65-1.15	4-8	Salino
>1.15	8-16	Muy salino

### 6.1.3. Humedad del suelo

La fase líquida del suelo está constituida por el agua y por todos los iones del suelo (disolución del suelo) que existen como consecuencia de la alteración tanto de los minerales como de la materia orgánica. Esta agua procede principalmente de la atmósfera aunque también se incorpora el agua de las infiltraciones laterales o de las capas freáticas, etc.

El papel del agua en el suelo es fundamental puesto que interviene en la meteorización física y química de los minerales y en la degradación de la materia orgánica. Además, los flujos de agua en el suelo transportan nutrientes, sales y contaminantes a través del perfil del suelo. Esta fase líquida del suelo circula a través del espacio poroso donde puede quedar retenida fuertemente en poros de pequeño tamaño o no estar retenida y estar disponibles para las plantas.

### 6.1.4. Densidad de un suelo

El suelo está constituido por una fase sólida, una líquida y una gaseosa. Por ello cuando se habla de la densidad del suelo se hace referencia a dos densidades. La densidad real (densidad media de sus partículas sólidas) y la densidad aparente (teniendo en cuenta el volumen de poros).

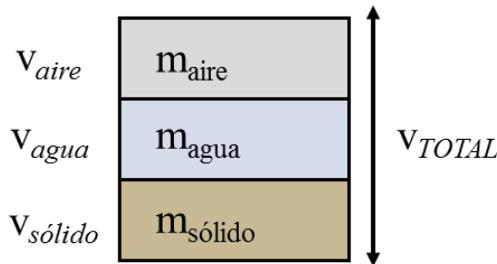


Figura 6.2. Esquema conceptual de una muestra de suelo con las distintas fases

$$\rho_{real} (g/cm^3) = \frac{m_{sólido}}{V_{sólido}} \quad \rho_{aparente} (g/cm^3) = \frac{m_{sólido}}{V_{TOTAL}} \quad \text{Ecuación 6.1}$$

La densidad aparente refleja el contenido total de porosidad en un suelo y es importante para el manejo de los suelos. Esta medida refleja el grado de compactación, facilidad de circulación de agua y aire y la facilidad de penetración de las raíces y de los animales.

### 6.1.5. Textura de un suelo

La textura de un suelo representa la composición granulométrica del mismo, es decir, el porcentaje de grava, arena, limo y arcilla. La clasificación internacional o de Atterberg establece los siguientes límites entre tamaños de las partículas del suelo (Tabla 6.3).

**Tabla 6.3. Tamaños de las partículas y características en la clasificación hecha por el Departamento de Agricultura de Estados Unidos (USDA)**

Denominación	Tamaño (mm)	Características de la fracción
Piedra	> 20	
Grava	> 2	
Arena	< 2.0-0.02	Áspera al tacto Ni plástica ni pegajosa al humedecerse
Limo	< 0.02-0.002	Suave, sedoso al tacto como el polvo de talco mojado Ni plástica ni pegajosa al humedecerse
Arcilla	< 0.002	Suave al tacto Plástica y pegajosa cuando se humedece Propiedades coloidales

A la fracción mayor de 2 mm se le considera “fracción inerte”. Sin embargo la fracción menor de 2 mm se le denomina “tierra fina” y es sumamente importante porque determina las propiedades físicas, químicas, fisicoquímicas y biológicas de los suelos. La proporción (en porcentaje en peso) de cada una de estas fracciones de la “tierra fina” (se prescinde de las gravas) determina la clase textural existente en los horizontes de un suelo. Existen 12 clases texturales distintas que se representan gráficamente en un diagrama triangular (Figura 6.3). En cada lado de este triángulo equilátero se representa cada una de las fracciones (0 a 100%) de limo, arcilla y arena, y la intersección gráfica para un suelo dado permite identificar su clase textural.

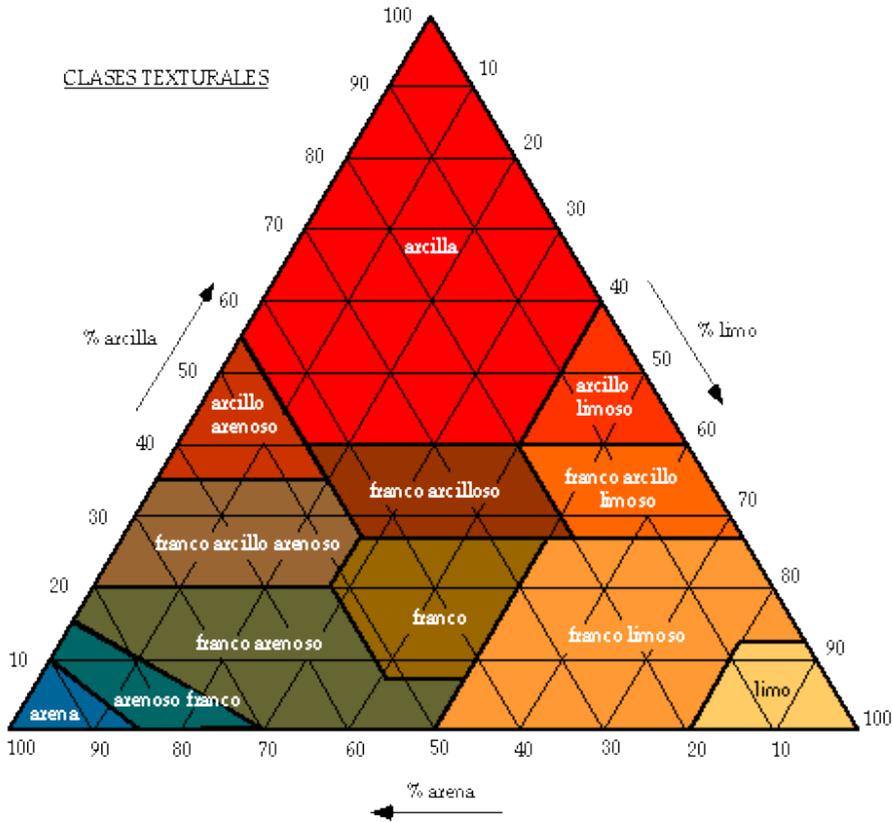


Figura 6.3. Diagrama clases texturales (USDA)

De manera general los suelos con texturas arcillosas son plásticos y de difícil manejo. La gran cantidad de poros microscópicos que tienen permiten la retención de gran cantidad de agua pero la mayoría son de baja permeabilidad, salvo en aquellos casos que tengan un buen sistema de grietas. Este tipo de suelos posee una elevada capacidad de intercambio catiónico que permite retener una gran cantidad de nutrientes. En contraposición a la textura arcillosa está la arenosa. Estos suelos son ligeros, con nula plasticidad y de muy fácil manejo. Al presentar partículas de tamaño grande sin formación de microporos la aireación es buena, no existe apenas acumulación de materia orgánica y son poco productivos. Los suelos limosos se apelmazan fácilmente y esto impide una aireación y circulación del agua correctamente. Por ello, en ellos se desarrolla una pobre estructura y en la mayoría de los casos se forman costras superficiales que afectan a la productividad.

Por último, la textura equilibrada o franca. Estos suelos al tener un equilibrio entre sus componentes, gozan de todas las propiedades favoreciendo la productividad, por ejemplo, desarrollo de una estructura, aireación, capacidad de intercambio catiónico, flujo de agua, etc.

## 6.2. Determinación de los parámetros físicos

### 6.2.1. pH del suelo

La medida del pH en el suelo se realiza mediante sondas denominadas pH-metros. El fundamento de esta medida es idéntico al explicado en el Capítulo 3, Apartado 3.1.2.

$$pH = -\log [H^+]$$

Cuando se realiza la medida de pH en una disolución de suelo hay que tener en cuenta que ésta puede hacerse en agua destilada o en cloruro potásico (KCl). Cuando se realiza con KCl los iones  $K^+$  sustituyen a los  $H^+$  en las posiciones de cambio de las partículas del suelo y, por tanto, los valores de pH son más bajos (en comparación a la medida realizada con agua destilada). Esta diferencia será mayor en aquellos suelos con mayor capacidad de intercambio catiónico.

#### Material necesario:

- pH-metro
- Vasos de precipitados
- Balanza
- Espátulas
- Agitadores
- Papel absorbente

#### Reactivos:

- Agua destilada
- Disolución de KCl 0.1M

#### Procedimiento experimental

- Pesar 10 gr de suelo y añadir 25 mL de agua destilada
- Agitar vigorosamente durante 5-10 minutos y posteriormente dejar reposar durante 30 min
- Calibrar el pH-metro adecuadamente con las disoluciones patrón
- Agitar la suspensión inmediatamente antes de introducir el electrodo de pH. Posteriormente introducir el electrodo en el sobrenadante, evitando la formación de burbujas y medir el pH

Proceder de idéntica manera con una disolución de KCl 0.1 M

### **6.2.2. Conductividad eléctrica**

La medida de la conductividad en el suelo se realiza mediante sondas denominadas conductímetros y se expresa en dS/m medida a 25°C. El fundamento de esta medida es idéntico al explicado en el Capítulo 3, Apartado 3.1.1. La CE en el suelo se puede medir en una disolución de 1:5 suelo-agua o en saturación.

En este caso se procede a medir la  $CE_{1:5}$  pero la medida en saturación sigue el mismo procedimiento.

Material necesario:

- Conductímetro
- Balanza de precisión
- Botellas agitación
- Vaso de precipitados 50 mL
- Papel de filtro
- Agitadores
- Espátula
- Embudos
- Agua destilada

Procedimiento experimental (1:5)

- Pesar 20 gr de suelo secado al aire en la balanza
- Se introducen en la botella de agitación
- Añadir 100 mL de agua destilada
- Agitar durante 30 min
- Filtrar la disolución con la ayuda de un embudo, desechando el filtrado inicial en caso de ser turbio
- Extraer una pequeña alícuota y realizar la medición de la conductividad

### 6.2.3. Humedad del suelo

La humedad se necesita como una guía para la clasificación de los suelos naturales y como un parámetro de control en suelos compactados. El método de secado en estufa es el procedimiento utilizado en la práctica habitual de laboratorio. Éste método determina la humedad de una muestra de suelo mediante secado en estufa y se expresa como el cociente (expresado en tanto por ciento), entre la masa de agua libre que pierde el suelo al secarlo y la masa del suelo seco.

Material necesario:

- Balanza de precisión
- Estufa de secado con circulación forzada de aire
- Espátula
- Recipiente de vidrio (matraz Erlenmeyer o cápsula de porcelana)
- Papel de filtro
- Agua destilada

Procedimiento experimental

- Se pesa el matraz donde se va a introducir la muestra de suelo ( $m_c$ )
- Se coloca la muestra de suelo húmeda en el matraz limpio, seco y se pesa ( $m_1$ )
- Colocar la muestra húmeda en una estufa de desecación con temperatura entre 105-110°C hasta peso constante (al menos 2h)
- Colocar la muestra secada y su recipiente en un desecador para enfriar y mantener la muestra seca
- Pesar la muestra, junto con el recipiente y anotar ( $m_2$ )
- La humedad del suelo viene determinada por la siguiente fórmula:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_c} \times 100 = \frac{m_w}{m_d} \times 100 \quad \text{Ecuación 6.2}$$

Donde:

w: humedad en %

$m_1$ : masa del matraz y de la muestra de ensayo húmeda (g)

$m_2$ : masa del matraz y de la muestra de ensayo seca (g)

$m_c$ : masa del matraz (g)

$m_w$ : masa del agua (g); ( $m_1 - m_2$ )

$m_d$ : masa de la muestra de ensayo seca (g); ( $m_2 - m_c$ )

#### 6.2.4. Densidad real

Se determinará la densidad real de una muestra de suelo según el procedimiento experimental que a continuación se detalla.

Material necesario:

- Balanza de precisión
- Estufa de desecación
- Espátula
- Matraz aforado
- Termómetro
- Papel de filtro
- Agua destilada

Procedimiento experimental

- Obtener el peso del matraz aforado ( $P_s$ )
- Llenar el matraz aforado cuidadosamente con la muestra de suelo seco. Pesar seguidamente el matraz ( $P_F$ )
- Vaciar y limpiar el matraz aforado, y llenar con agua destilada hasta el enrase pesándose nuevamente el matraz ( $P_A$ ). De esta forma se compensa cualquier posible error que tuviera el matraz aforado en su volumen
- Medir la temperatura del agua para corregir la densidad del agua, según Tabla 6.4
- Aplicar la ecuación siguiente y expresar la densidad del suelo en  $\text{kg/m}^3$

$$\rho = \frac{P_F - P_s}{P_A - P_s} \rho_{\text{agua}} \quad \text{Ecuación 6.3}$$

Donde:

$\rho$ : densidad del suelo ( $\text{kg/m}^3$ )

$P_s$ : peso del matraz aforado con la muestra de ensayo (kg)

$P_A$ : peso del matraz aforado con agua destilada (kg)

$\rho_{\text{agua}}$ : densidad del agua a la temperatura del ensayo ( $\text{kg/m}^3$ ) (Tabla 6.4)

Tabla 6.4. Densidad del agua líquida en función de la temperatura y a 1 atmósfera de presión

T (°C)	densidad ( $\text{kg/m}^3$ )	T (°C)	densidad ( $\text{kg/m}^3$ )	T (°C)	densidad ( $\text{kg/m}^3$ )
<b>0 (hielo)</b>	917.00	<b>34</b>	994.43	<b>69</b>	978.21
<b>0</b>	999.82	<b>35</b>	994.08	<b>70</b>	977.63
<b>1</b>	999.89	<b>36</b>	993.73	<b>71</b>	977.05
<b>2</b>	999.94	<b>37</b>	993.37	<b>72</b>	976.47
<b>3</b>	999.98	<b>38</b>	993.00	<b>73</b>	975.88
<b>4</b>	1000.00	<b>39</b>	992.63	<b>74</b>	975.28
<b>5</b>	1000.00	<b>40</b>	992.25	<b>75</b>	974.68
<b>6</b>	999.99	<b>41</b>	991.86	<b>76</b>	974.08
<b>7</b>	999.96	<b>42</b>	991.46	<b>77</b>	973.46
<b>8</b>	999.91	<b>43</b>	991.05	<b>78</b>	972.85
<b>9</b>	999.85	<b>44</b>	990.64	<b>79</b>	972.23
<b>10</b>	999.77	<b>45</b>	990.22	<b>80</b>	971.60
<b>11</b>	999.68	<b>46</b>	989.80	<b>81</b>	970.97
<b>12</b>	999.58	<b>47</b>	989.36	<b>82</b>	970.33
<b>13</b>	999.46	<b>48</b>	988.92	<b>83</b>	969.69
<b>14</b>	999.33	<b>49</b>	988.47	<b>84</b>	969.04
<b>15</b>	999.19	<b>50</b>	988.02	<b>85</b>	968.39
<b>16</b>	999.03	<b>51</b>	987.56	<b>86</b>	967.73
<b>17</b>	998.86	<b>52</b>	987.09	<b>87</b>	967.07
<b>18</b>	998.68	<b>53</b>	986.62	<b>88</b>	966.41
<b>19</b>	998.49	<b>54</b>	986.14	<b>89</b>	965.74
<b>20</b>	998.29	<b>55</b>	985.65	<b>90</b>	965.06
<b>21</b>	998.08	<b>56</b>	985.16	<b>91</b>	964.38
<b>22</b>	997.86	<b>57</b>	984.66	<b>92</b>	963.70
<b>23</b>	997.62	<b>58</b>	984.16	<b>93</b>	963.01
<b>24</b>	997.38	<b>59</b>	983.64	<b>94</b>	962.31
<b>25</b>	997.13	<b>60</b>	983.13	<b>95</b>	961.62
<b>26</b>	996.86	<b>61</b>	982.6	<b>96</b>	960.91
<b>27</b>	996.59	<b>62</b>	982.07	<b>97</b>	960.2
<b>28</b>	996.31	<b>63</b>	981.54	<b>98</b>	959.49
<b>29</b>	996.02	<b>64</b>	981.00	<b>99</b>	958.78
<b>30</b>	995.71	<b>65</b>	980.45	<b>100</b>	958.05
<b>31</b>	995.41	<b>66</b>	979.9		
<b>32</b>	995.09	<b>67</b>	979.34		
<b>33</b>	994.76	<b>68</b>	978.78		

### 6.2.5. Textura del suelo

La textura de un suelo se puede medir de un modo semicuantitativo que se denomina “Método al tacto”.

Material necesario:

- Placa de vidrio esmerilado
- Espátula
- Agua destilada
- Papel de filtro

Procedimiento experimental

- Coger con la espátula una pequeña porción de tierra fina (< 2 mm) y colocarla sobre la cara esmerilada de la placa de vidrio
- Humedecerla lentamente y trabajarla con la espátula deshaciendo todos los pequeños terrones hasta alcanzar el punto de adherencia, caracterizado por el mínimo contenido de humedad para que la masa de suelo no se adhiera a la mano
- En este estado es posible cortar la masa plástica con la espátula dejando un corte limpio
- Aplicar las siguientes pruebas teniendo en cuenta que durante las mismas, de vez en cuando, puede ser necesario añadir más agua para mantener el suelo en estado óptimo de humedad:

1. Intentad hacer una bola con el suelo (de unos 2.5 cm de diámetro) manipulando éste entre las palmas de las manos (no moldeándolo entre los dedos):

- Es imposible..... Arenoso
- Se puede hacer solamente con sumo cuidado..... Arena Franca
- Es fácil..... Ir a (2)

2. Intentar aplastar la bola entre el pulgar y el índice:

- La bola se rompe (el material se disgrega)..... Franco
- La bola se aplasta..... Ir a (3)

3. Rehacer la bola de suelo e intentar transformarla en un cilindro grueso (de 1 cm de diámetro), rodándola sobre la placa de vidrio:

No se puede hacer el cilindro grueso..... Arenoso

Se puede hacer..... Ir a (4)

4. Intentar hacer un cilindro más fino (de 0.5 cm de diámetro aproximadamente):

No se puede hacer el cilindro fino..... Arena Franca

Se puede hacer..... Ir a (5)

5. Tratar de curvar el cilindro fino para formar una herradura:

El cilindro se cuartea cuando se intenta..... Ir a (6)

No aparecen grietas..... Ir a (8)

6. Estimar la sensación general que produce manipular el suelo entre los dedos:

El suelo parece sedoso..... Franco limoso o Limoso

El suelo solo parece áspero y basto..... Franco

El suelo parece pegajoso además de áspero y basto Ir a (7)

7. Volver a humedecer el suelo si es necesario para llevar al punto de adherencia. Hacer un cilindro fino (de unos 0.3 cm de diámetro) curvándolo para formar una herradura. Ir a (8).

8. Intentar transformar la herradura en un anillo de unos 2.5 cm de diámetro, uniendo los dos extremos del cilindro sin que éste se rompa:

Se puede hacer..... Ir a (9)

No se puede hacer..... Ir a (11)

9. Moldear el suelo en una bola trabajándola entre el pulgar y el índice para formar una superficie uniforme:

La superficie aparece como pulimentada con pocas partículas ásperas y prominentes..... Arcillo arenosa

La superficie aparece como pulimentada con ninguna o muy pocas irregularidades..... Ir a (10)

La superficie no aparece como pulimentada y es suave con muy pocas irregularidades..... Ir a (11)

10. Humedecer la superficie de la bola, pasar la yema del dedo sobre el suelo y juzgar la sensación general que produce:

- El suelo parece como jabón y la superficie que se trabaja adquiere aspecto pulimentado..... Arcilloso
- El suelo parece como seda y el pulimento es imperfecto..... Arcilloso limosa

11. Volver a moldear una bola y manipularla entre los dedos para estimar la sensación general que produce el suelo:

- El suelo es muy áspero..... Franco-arcilloso-arenoso
- El suelo es moderadamente áspero..... Franco arcillosa
- El suelo es blando y suave..... Franco-arcillo-limosa

Cuando se haya decidido a qué clase textural pertenece el suelo, localizarla en el triángulo de textura (Figura 6.3). El diagrama textural es un triángulo equilátero, en el que a cada lado se sitúa cada una de las fracciones entre 0-100. La textura se obtiene al hacer intersectar dos valores de porcentaje de la fracción de partículas. La intersección de dichos puntos, se obtiene al trazar una recta desde una fracción textural a la otra fracción en función de los porcentajes, siempre según el movimiento de las agujas del reloj. Con solo dos líneas queda definido el punto representativo porque la tercera componente es función de las primeras al tener que ser 100 la suma de todas ellas.

### 6.3. Resultados

Para poder establecer un valor final para cada uno de los parámetros que definen la calidad del suelo es necesario realizar repeticiones de las medidas y calcular la media y la desviación típica.

	Repetición			Media ( $x$ )	Desviación típica ( $s$ )
	1	2	3		
<b>pH</b>					
<b>Conductividad (<math>\mu\text{S}/\text{cm}</math>)</b>					
<b>Humedad (%)</b>					
<b>Densidad real <math>\text{kg}/\text{m}^3</math></b>					
<b>Textura del suelo</b>					



# Capítulo 7

# Evaluación de la

# Calidad Ambiental del

# Aire

## 7.1. Introducción

La atmósfera de nuestro planeta está constituida por una mezcla de gases de baja densidad, entre los que destacan por su abundancia el nitrógeno (78 %) y el oxígeno (21%), seguidos por el argón (0.934%), el dióxido de carbono (0.004%) y el vapor de agua.

Según la Organización Mundial de la Salud (OMS), la presencia de otros gases, que se consideran contaminantes cuando su concentración en el aire es suficientemente alta como para provocar efectos negativos sobre la salud de la población y/o de la fauna animal y/o vegetación, representa un importante riesgo medioambiental tanto en los países desarrollados como en los países en desarrollo. De hecho, la salud cardiovascular y respiratoria de la población está directamente relacionada con los niveles de contaminación del aire.

Los gases contaminantes más frecuentes son el monóxido de carbono (CO), el dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>), los óxidos de nitrógeno (NO<sub>x</sub>) y el material particulado (PM<sub>10</sub> y PM<sub>2.5</sub>). Las partículas que tienen un tamaño igual o inferior a 10 μm (≤PM<sub>10</sub>), son las que pueden penetrar y alojarse en el interior profundo de los pulmones, siendo por ello las más perjudiciales para la salud. Una exposición prolongada a estas partículas agrava el riesgo de desarrollar enfermedades cardiovasculares y respiratorias como el cáncer de pulmón. Estos contaminantes atmosféricos pueden proceder tanto de fuentes naturales (como por ejemplo de la actividad volcánica, los incendios forestales, la erosión del suelo, o procesos fermentativos de seres vivos) como de fuentes antropogénicas (como

el tráfico rodado, las actividades industriales, calefacción, producción de electricidad, etc.).

Las Directrices que marca la OMS sobre la Calidad del Aire constituyen una referencia para las legislaciones de los distintos países y se basan en rigurosos estudios sobre los efectos de la contaminación del aire en la salud de la población.

A nivel europeo, la Directiva 2008/50/CE obliga a los estados miembros a establecer una red de vigilancia que permita la evaluación de la calidad del aire en los distintos estados. Su transposición a la legislación española se ha realizado a través del RD 102/2011, cuyo objetivo es prevenir y reducir los niveles de contaminación del aire en la población, estableciendo valores límite para cada contaminante atmosférico. Queremos resaltar aquí la importancia del cumplimiento de estos valores límite u objetivos de calidad, porque está demostrado clínica y científicamente que la presencia en exceso de estos contaminantes acorta la esperanza de vida. De hecho, un estudio de la OMS ha demostrado que cada año se producen más de 2 millones de muertes prematuras atribuibles a los efectos de la contaminación atmosférica urbana y de la contaminación del aire de interiores (causada principalmente por la utilización de combustibles sólidos).

## 7.2. Análisis de datos de calidad de aire

Para realizar el análisis, descargad de la página web de la Red Valenciana de Vigilancia y Control de la Contaminación Atmosférica (Figura 7.1) los siguientes ficheros:

- El fichero de datos correspondiente a una estación de control cualquiera y determinar si se cumplen o no se cumplen los valores límites horarios y diarios para el dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>) que se muestran en la Tabla 7.1
- Para la misma estación del punto anterior, descargar el fichero de datos para partículas sólidas de tamaño  $\leq 10 \mu\text{m}$  (PM<sub>10</sub>) y determinar si se cumplen los valores límites diarios que se muestran en la Tabla 7.1
- Para la misma estación del primer punto y otras nueve estaciones más, descargar el fichero de datos completo con todos los contaminantes atmosféricos registrados en dichas estaciones. Calcula el promedio anual de cada contaminante en cada estación, y con todos los valores promediados realiza un Análisis de Componentes Principales para analizar todos los datos simultáneamente y determinar:
  - Qué estaciones presentan un comportamiento más parecido entre ellas
  - Qué contaminantes atmosféricos están más relacionados entre sí

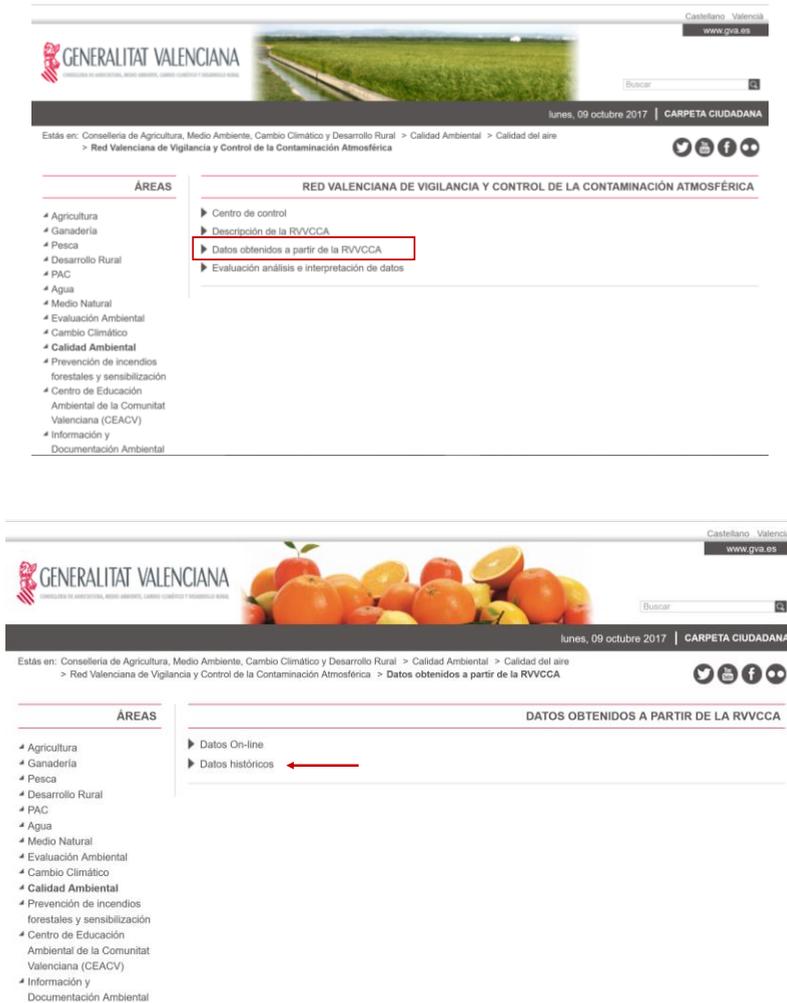


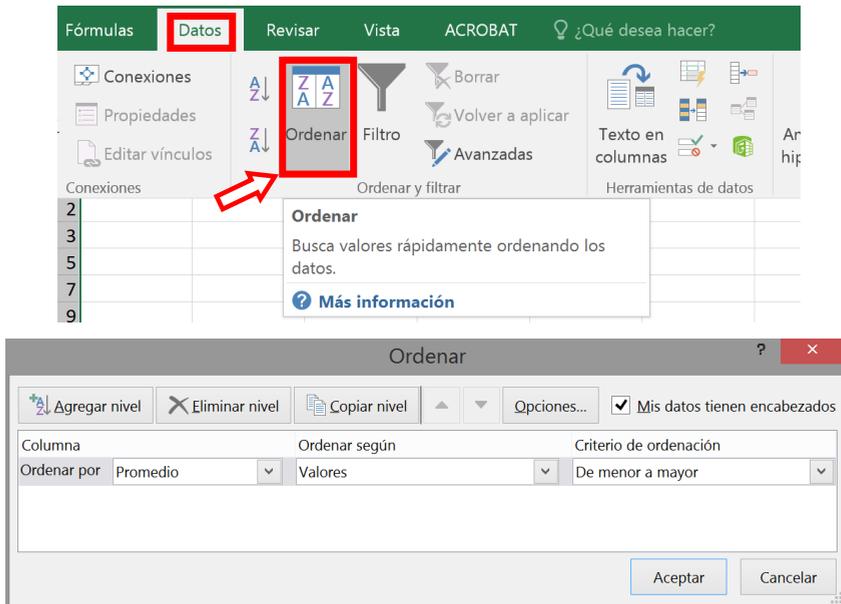
Figura 7.1. Página web de la Red Valenciana de Vigilancia y Control de la Contaminación Atmosférica (<http://www.agroambient.gva.es/web/calidad-ambiental/red-valenciana-de-vigilancia-y-control-de-la-contaminacion-atmosferica>)

**Tabla 7.1. Valores límite para las concentraciones de dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>) y de partículas sólidas de tamaño ≤ 10 µm (PM<sub>10</sub>) recogidos en el RD 102/2011**

Contaminante	Parámetro	Período para promediar	Valor	Comentario
SO <sub>2</sub> (µg/m <sup>3</sup> )	Valor límite horario	1 hora	350	No podrá excederse en más de 24 ocasiones al año.
	Valor límite diario	24 horas	125	No podrá excederse en más de 3 ocasiones al año.
PM <sub>10</sub> (µg/m <sup>3</sup> )	Valor límite diario	24 horas	50	No podrá excederse en más de 35 ocasiones al año.
	Valor límite anual	365 días	40	

Para resolver los dos primeros apartados, utiliza una hoja de cálculo, por ejemplo, Excel. Tras calcular los promedios correspondientes (horario, diario y anual) o bien descargar directamente los datos ya promediados de la página Web, la determinación de si se cumple o no se cumple la normativa de calidad atmosférica se puede hacer de varias maneras, por ejemplo:

- Ordenando de mayor a menor la columna en la que están los promedios. Para ello se puede hacer uso en Excel de la función Ordenar a la que se accede desde la pestaña de Datos (Figura 7.2). Teniendo la columna ordenada, basta contar cuantos valores de la estación de control superan el valor límite correspondiente (ver Tabla 7.1).



**Figura 7.2. Comandos para ordenar los valores de una columna en Excel**

- Comparando cada valor de la estación de control con el valor límite correspondiente (ver Tabla 7.1), y cuando sea mayor, que le asigne un 1, mientras que cuando no lo sea que le asigne un 0. Para ello se puede hacer uso en Excel de la función Si, cuya sintaxis es la siguiente: si (celda que contiene el promedio > que el valor límite; 1; 0). Basta sumar las celdas de la columna en la que se ha aplicado la función Si (dichas celdas contendrán unos y ceros), y si el número de veces que se excede el valor límite supera el criterio recogido en el RD 102/2011 (ver Tabla 7.1), se podrá afirmar que no se cumple con la normativa
- Calculando el cociente entre cada valor de la estación de control y el valor límite. De esta forma, cuando el cociente sea mayor que 1, es porque se excede el valor límite, mientras que cuando sea inferior a uno es porque se cumple con el valor límite establecido. En una nueva columna utilizando el comando “Si” (explicado en el punto anterior) se le puede asignar un 1 cada vez que el cociente haya salido mayor que 1 y un 0 en el resto de casos. Al igual que en el método anterior, sumando las celdas (de ceros y unos) se podrá saber si el número de veces que se excede el valor límite supera el criterio recogido en el RD 102/2011 (ver Tabla 7.1), pudiendo afirmar, por tanto, si se cumple o no con la normativa

Para resolver el tercer apartado, utiliza un programa de estadística más avanzado (tipo Statgraphics, SPSS, SIMCA, R...) y realiza los siguientes pasos:

- En Excel prepara la matriz que se va a analizar, de forma que en cada columna esté el promedio anual de cada contaminante en cada estación de control y en cada fila esté cada estación. Si los contaminantes no están registrados o monitorizados en todas las estaciones, selecciona aquellos que sí estén presentes en todas las estaciones (ó al menos en la mayoría de estaciones de control)
- Importa en el programa de estadística la matriz de datos
- Busca la opción de análisis de componentes principales, selecciona el pre-procesamiento de los datos que quieras aplicar. Salvo que tengas claro que quieres utilizar un pre-procesamiento concreto, utiliza el centrado y escalado a varianza unitaria, ya que facilita la interpretación y permite que todas las variables tengan a priori la misma importancia. Ejecuta el cálculo de las componentes principales y analiza los resultados gráficos que proporciona
- Analiza los siguientes tipos de gráficos:
  - Gráfico de las variables latentes o scores (t1-t2). En este gráfico podremos observar las relaciones entre las estaciones de control de contaminación atmosférica analizadas, de forma, que permite visualizar qué estaciones tienen un patrón de contaminación más parecido entre sí (en base a los contaminantes atmosféricos que se hayan incluido en la matriz). Aunque puede que haya más de dos componentes estadísticamente significativas, siempre es conveniente analizar por lo menos las dos primeras componentes (t1-t2) ya que son las que más porcentaje explican de la información contenida en la matriz de datos analizada
  - Gráfico de los pesos (p1-p2). En este gráfico podremos observar las relaciones entre los contaminantes atmosféricos analizados, de forma, que nos permite visualizar qué contaminantes están más correlacionados entre sí, cuáles presentan correlación positiva y cuáles tienen correlación negativa

A modo de ejemplo, en la Figura 7.3 se presentan los gráficos resultantes del análisis de componentes principales aplicado sobre los valores medios anuales de 10 estaciones de control en las que se han seleccionado 7 contaminantes atmosféricos que han sido registrados en la mayoría de estaciones durante el año 2014. En el gráfico de las variables latentes (Figura 7.3a) se puede observar como las estaciones de control de Valencia y Quart de Poblet y, por otra parte, las estaciones de Alzira y Alcoy presentan un patrón de contaminación muy similar entre sí (ya que estas estaciones aparecen proyectadas muy cerca entre sí en dicho gráfico). Mientras que en el gráfico de los pesos se pueden observar como todas las variables relacionadas con los óxidos de nitrógeno ( $\text{NO}$ ,  $\text{NO}_2$  y  $\text{NO}_x$ ) presentan una muy alta correlación positiva (ya que caen en el mismo cuadrante y realmente cerca entre sí), mientras que el  $\text{SO}_2$  y el  $\text{O}_3$  presentan una

clara correlación negativa (al quedar proyectadas en posición diagonalmente opuesta en dicho gráfico).

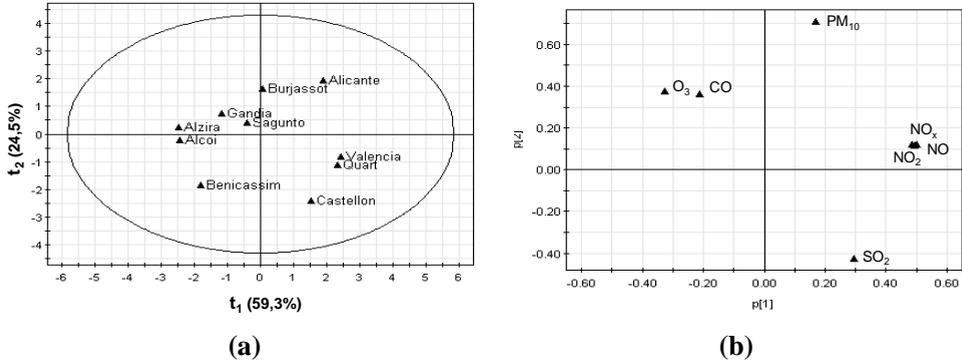


Figura 7.3. Resultados del análisis de componentes principales aplicado sobre los valores medios anuales de 7 contaminantes atmosféricos en 10 estaciones de control el año 2014: (a) gráfico de los scores, (b) gráfico de los pesos

### 7.3. Otros parámetros estadísticos y validez de los cálculos

Para otros contaminantes del aire, como el monóxido de carbono o el ozono troposférico, el cálculo del valor límite establecido en el RD 102/2011, exige el cálculo de las medias móviles octohorarias y, además, en el caso del ozono, también limita el valor acumulado. Estos parámetros estadísticos se explican brevemente a continuación.

- **Media Móvil:** Es una técnica habitualmente empleada para suavizar las fluctuaciones a corto plazo de una serie temporal y resaltar la tendencia que presenta dicha serie temporal a largo plazo. Consiste en calcular medias de un subconjunto de datos de la serie temporal. La media móvil octohoraria se calcula a partir de los datos horarios del contaminante, determinando el valor medio de 8 horas. Para cada hora, se determina el valor medio de las 8 horas anteriores. Según especifica el RD 102/2011, cada media móvil octohoraria se asigna al día en que dicha media termina, por lo que el primer período de cálculo para un día cualquier es el período que comprende desde las 17:00 del día anterior hasta la 01:00 de dicho día, mientras que el último período de cálculo para ese día, es el período desde las 16:00 hasta las 24:00 de ese día
- **Valor acumulado — AOT40 (Accumulated Ozone Exposure over a Threshold of 40 Parts Per Billion).** Este parámetro se expresa como  $[\mu\text{g}/\text{m}^3] \times \text{h}$  y se calcula sumando las diferencias entre las concentraciones superiores a  $80 \mu\text{g}/\text{m}^3$  (que corresponde a 40 partes por mil millones en volumen) y  $80 \mu\text{g}/\text{m}^3$  a lo

largo de un período dado, utilizando únicamente los valores horarios medidos entre las 8:00 y las 20:00 horas

Para asegurar la validez del cálculo de los parámetros estadísticos, el RD 102/2011 exige un porcentaje mínimo de datos válidos que se deben emplear para su determinación. Esta exigencia se recoge de manera resumida en la Tabla 7.2.

**Tabla 7.2 Exigencia de validez de los datos para considerar representativo el parámetro estadístico que se calcule**

<b>Parámetro</b>	<b>Porcentaje mínimo requerido de datos válidos</b>
Valor horario	75 % (es decir, 45 minutos)
Valor octohorario	75 % (es decir, 6 horas)
Máxima diaria de las medias móviles octohorarias	75%
Valor correspondiente a 24 horas	75%
Valor acumulado — AOT40	90%
Media anual	90 %, excepto para el ozono en invierno (período que comprende de enero a marzo y de octubre a diciembre), que exige el 75%
Número de superaciones y valores máximos <b>mensuales</b>	90%
Número de superaciones y valores máximos <b>anuales</b>	5 de los 6 meses del período estival, período que comprende de abril a septiembre

# Capítulo 8

# Material

# e Instrumentación de

# Laboratorio

## 8.1. Introducción

Es importante para todo el personal que vaya a trabajar en laboratorios de calidad ambiental conocer bien el material y equipamiento que se utilizan en las determinaciones analíticas más comunes. Puesto que este libro va dirigido principalmente a técnicos cuya experiencia en laboratorio puede ser muy limitada, se ha incluido este capítulo que se puede considerar como un glosario, en el que se muestra todo el material e instrumentación de uso más frecuente. Además, se adjunta una breve descripción de las principales características de cada uno de los elementos y se acompaña de una fotografía para facilitar la identificación.

En este capítulo todo el material aparece listado en orden alfabético para facilitar la localización de cualquier instrumento o material.

## 8.2. Material e instrumentación de laboratorio

---



### **Armario termostático**

Armario que mantiene la temperatura en su interior para realizar diferentes determinaciones como DBO (20°C), actividades enzimáticas (25°C) o microbiología (37°C).

Existen de diferentes tamaños y características: con ventilación, con enchufes interiores, con temperatura variable, etc.



### **Balanza Analítica**

Es una balanza de precisión, en este caso digital. Se permite la determinación de pesos hasta valores de diezmilésima de gramo. 0.0001g. Generalmente la capacidad de pesada es de 160-200 g

Se utiliza en la determinación de los sólidos.

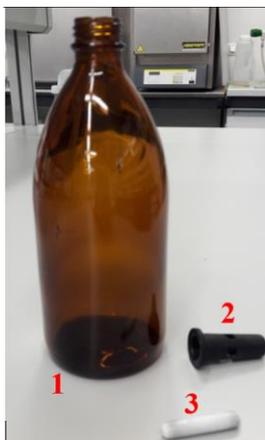


### **Bomba de vacío**

Se trata de una máquina que ejerce una succión, al extraer el gas contenido en un volumen cerrado, generando, por tanto, una presión inferior a la atmosférica. Cuanto mayor es la diferencia de presiones mayor es la fuerza de succión lo que permite aumentar la velocidad de filtrado.

Se utiliza en la determinación de los sólidos.

---



### **Botella para la realización de la DBO**

Se trata de una botella (1) de color ámbar de 500 mL de capacidad dotada de un cierre de rosca.

Se coloca en la boca de la botella un tapón de goma (2) que permite alojar en su interior el absorbente de CO<sub>2</sub> que requiere el ensayo (normalmente un par de lentejas de sosa).

En el interior de la botella se coloca una varilla agitadora (3) para asegurar una buena mezcla durante la duración del ensayo.

Se utiliza en la determinación de la materia orgánica biodegradable (DBO).

---



### **Bureta**

Tubo graduado con un diámetro fijo en toda su longitud. En su parte inferior, la bureta tiene una llave, mediante la cual se “cierra” ó se “abre” la apertura que permite verter el líquido situado en su interior gota a gota.

Su uso principal es en técnicas volumétricas para medir con precisión volúmenes de líquidos.

Se utiliza en la determinación de la materia orgánica (DQO).



### **Cápsula de Porcelana**

Contenedor semiesférico con un pico en un costado. Existen diferentes tamaños. Se utilizan para evaporar la fase líquida de una muestra.

Muestran mucha resistencia a elevadas temperaturas; por ejemplo, las de cerámica pueden soportar temperaturas de hasta 1000°C.

Se utiliza en la determinación de sólidos.

---



### **Conductímetro**

Instrumento que determina la resistencia eléctrica ejercida por un volumen de una disolución contenida entre dos electrodos. Con los conductímetros de laboratorio se puede medir la conductividad, los sólidos totales disueltos (TDS) y la salinidad.



### **Cono Imhoff**

Recipiente con forma cónica de vidrio o plástico con graduación de volumen (1L).

Se utiliza para la determinación del volumen de sólidos sedimentables.



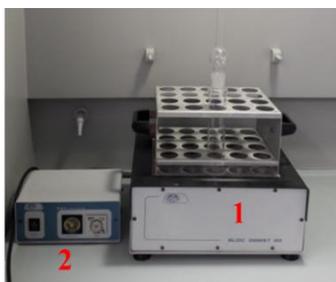
### Desecador

Recipiente contenedor utilizado para mantener sustancias en su interior y evitar que se hidraten; es decir, permite que durante el proceso de enfriamiento (por ejemplo, de las cápsulas de sólidos) no cojan humedad y, por tanto, no aumente de peso.

El desecador está dividido en dos partes, la parte inferior se utiliza para colocar el agente deshidratante (generalmente gel de sílice). La parte superior de es donde se colocan los recipientes con las sustancias a deshidratar.

Fabricado normalmente en vidrio.

---



### Digestor para el ensayo de la DQO

Instrumento utilizado para digerir muestras aumentando la temperatura con el objetivo de que se produzcan y/o aceleren las reacciones.

Este equipo está formado por un bloque de digestión (1) para varias muestras (6, 12 ó 20). Esto permite un calentamiento uniforme y simultáneo.

También forma parte de este equipo un programador (2) de tiempos-temperatura que realiza una programación automática de la temperatura y tiempo de digestión.

---



### Embudo de filtración magnético

Dispositivo utilizado para procesos de filtración por membrana de volumen variable entre 150 a 500 mL. Está formado por el embudo con graduación para volumen con cierre magnético que evita fugas de la muestra líquida. Generalmente se utiliza con filtros de  $\varnothing$  47 mm.

Se utiliza en la determinación de los sólidos suspendidos y clorofila.

---



### **Espátulas**

Herramienta que sirve para manipular compuestos principalmente en forma de polvo o gránulos. En función de la cantidad requerida hay espátulas de diversos tamaños y materiales. En todas ellas existe un mango para facilitar su uso.

Se utiliza en las determinaciones de materia orgánica y en las de nutrientes.



### **Espectrofotómetro**

Instrumento para medir la cantidad de luz absorbida después de pasar a través de una muestra.

Entre las funciones que pueden realizar este instrumento está la de cuantificar las sustancias y/o microorganismos presentes en una muestra y también estudiar la evolución de las reacciones químicas que tienen lugar.

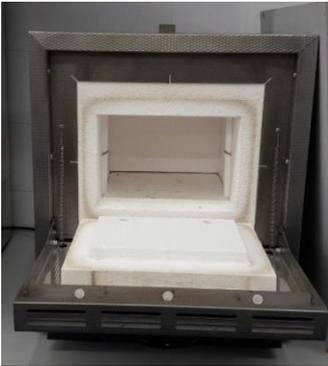
Se utiliza en la determinación de nutrientes.



### **Estufa de secado**

Equipo que se utiliza comúnmente para deshidratar reactivos de laboratorio o secar muestras e instrumentos (recipientes de vidrio y metal).

La estufa aumenta su temperatura gradualmente hasta alcanzar la temperatura seleccionada. Cuando se alcanza la temperatura óptima y es estable, el térmico mantendrá dicha temperatura; se conectan de nuevo las resistencias en caso de que la temperatura descienda, hasta alcanzar de nuevo la temperatura fijada.



### **Horno Mufla**

Una mufla es un horno con el que se alcanzan temperaturas superiores a 200°C. Se utiliza para calcinar y secar muestras.

En este horno solamente pueden utilizarse materiales de laboratorio refractarios (por ejemplo, crisoles y cápsulas de porcelana), debido a las altas temperaturas que puede alcanzar (1200 °C).

Se utiliza en la determinación de los sólidos suspendidos volátiles.

---



### **Matraz Aforado**

Matraz de fondo plano con cuello largo y estrecho. En el cuello posee una marca de aforo para realizar el enrase que asegura un volumen exacto y preciso. Puede ser de vidrio y también de material plástico. Se fabrican en distintos tamaños.

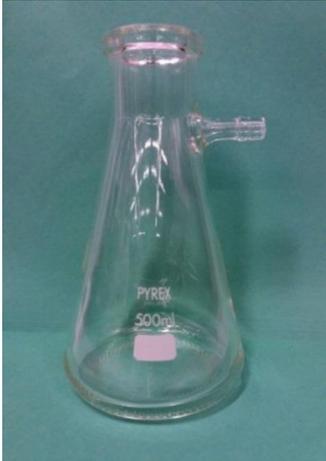


### **Matraz Erlenmeyer**

Matraz en forma de cono con cuello cilíndrico, base plana y graduación. El material del que está normalmente fabricado (vidrio pyrex) permite alcanzar temperaturas altas. Por ello, es ideal para calentar líquidos sin correr el riesgo de perderlos por evaporación.

Se fabrican en distintos volúmenes. Pueden ser de vidrio y también de material plástico. Cuando es de material plástico, este matraz puede ser utilizado en autoclave para su esterilización pero no para calentar en estufa, placa o en llama.

---



### **Matraz Kitasato**

Matraz cónico con un vástago en el cuello cilíndrico. Este vástago permite conectar este matraz a diferentes dispositivos. Se utiliza principalmente para filtraciones a vacío, ya que puede conectarse a la bomba de vacío por medio del vástago del cuello.

Puede ser de vidrio y también de material plástico.

Se utiliza en la determinación de los sólidos suspendidos.



### **Matraz aforado de rebose 432 y 164 mL**

Matraz de vidrio con indicación fija de volumen. Con este matraz se puede medir de forma precisa el volumen de muestra requerido según la DBO esperada (432, 365, 164,... 22.7 mL). El enrase se debe hacer con la curvatura hacia arriba.

Se utiliza en la determinación de la materia orgánica biodegradable (DBO).



### **Microscopio óptico**

Dispositivo que utiliza la luz visible y un sistema de lentes para aumentar imágenes de muestras.

Se utiliza para la observación de los microorganismos presentes en una muestra.



### **Oxímetro**

Instrumento que permite determinar la concentración de oxígeno disuelto en una muestra líquida.

La medida se realiza mediante una sonda constituida en su forma más sencilla de un electrodo colector y un contraelectrodo. Estos dos electrodos se encuentran dentro de un sistema electrolítico y les separa de la muestra una membrana permeable a los gases. Se produce una reacción electroquímica y se produce una corriente eléctrica. La señal de la corriente será más alta cuanto más oxígeno tenga la muestra. En función de esta señal la sonda calcula la concentración de oxígeno disuelto.



### **pHmetro**

Instrumento que determina la concentración de iones  $H^+$  en una disolución. Establece la acidez o alcalinidad de la disolución mediante las unidades de pH (0-14). El funcionamiento se basa en la medida de la diferencia de potencial eléctrico entre dos electrodos: electrodo de pH y de referencia. El equipo relaciona la diferencia de potencial con las unidades de pH.



### **Pinzas de cápsulas (1), crisoles (2) y filtros (3)**

Utensilio normalmente fabricado en acero inoxidable que se utiliza para manipular cápsulas de evaporación, crisoles y otros objetos, que están a alta temperatura.



### Pipeta y Bulbo de Succión

La pipeta es un tubo transparente, generalmente de vidrio, aunque puede ser también de material plástico. La pipeta permite succionar líquidos por el extremo inferior y de esta forma transferir volúmenes medidos de forma exacta.

Existen pipetas graduadas (1) y pipetas aforadas (2). Las primeras permiten la dispensación de volúmenes fraccionados, las segundas sólo permiten transferir un volumen indicado por una o dos marcas en situadas en la pipeta.

El bulbo de succión (3), es un aparato que se utiliza conectado a pipetas y que permite la succión de líquidos. Existen varios modelos, el que se muestra en la foto es de plástico duro y tiene una rueda para succionar el líquido y mediante la presión a una palanca lateral libera el líquido. Su uso es muy recomendable para evitar succionar con la boca lo que supondría un riesgos innecesarios.



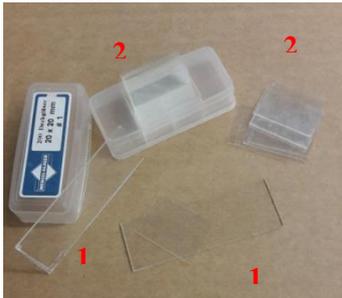
### Pipeta automática

Dispositivo utilizado para dispensaciones repetitivas idénticas de diferentes volúmenes. El volumen se modifica variando la graduación en la pipeta y también cambiando las jeringas.



### **Pipeta Pasteur**

Pipeta no calibrada utilizada para transferir y dispensar pequeñas cantidades de líquidos. Está formada por un tubo de vidrio o plástico con final cónico. El líquido entra por la abertura inferior. En el extremo superior tiene un “globo” o un “fuelle” que al ser presionado y tras expulsar el aire aspira el líquido que se desea transferir.



### **Portaobjetos y Cubreobjetos**

El portaobjetos (1) es una lámina de vidrio de forma rectangular y de poco espesor. En esta lámina se ponen, donde se sitúan objetos de pequeño tamaño o preparaciones, para ser observadas con ampliación por medio de un microscopio.

Un cubreobjetos (2) es una hoja de material transparente de diversos tamaños y espesores que se coloca sobre una preparación que va a ser visualizada por un microscopio. Su función es separar el objeto de las lentes del microscopio.



### Probeta

Cilindro que permite contener líquidos y que se utiliza para medir volúmenes. Presenta en la superficie exterior una serie de marcas o graduaciones indicando el volumen que contiene.

Puede ser de vidrio y de material plástico



### Rampa de Filtración a vacío

Tubo de vidrio con 3 ó 4 bifurcaciones, cada una dotada con una llave/válvula de tres vías. Se utiliza en ensayos de filtración: permite, con una única bomba de vacío, succionar en hasta 4 matraces Kitasatos simultáneamente.

Se utiliza en la determinación de los sólidos suspendidos.



### Sistema respirométrico Oxitop®

Este equipo determina la DBO y también se utiliza para pruebas de biodegradabilidad aerobia y anaerobia, mediante el método respirométrico.

Este sistema consiste en unos cabezales (1) que se colocan enroscados en la boca de la botella de DBO y detectan las variaciones de presión en el interior provocadas por el consumo de oxígeno. Miden presiones positivas y negativas.

Los datos son almacenados en el cabezal Oxitop® y mediante un controlador (2) se puede leer la información.



### **Tubos y refrigerantes para el ensayo de la DQO**

Tubos de digestión, fabricados en vidrio con unas dimensiones de  $40 \times 300$  mm. Tienen la boca esmerilada para asegurar un cierre hermético y soportan temperaturas de hasta de  $200^{\circ}\text{C}$ .

Refrigerante de digestión, fabricado en vidrio de  $20 \times 600$  mm, con la boca esmerilada que se coloca en la boca del tubo de DQO cerrando herméticamente. Este tubo permite condensar los vapores que se producen al calentar la mezcla de la DQO.

Se utiliza en la determinación de la materia orgánica (DQO).



### **Turbidímetro**

El turbidímetro o nefelómetro es un instrumento que mide la turbidez producida por las partículas suspendidas en un líquido. Para la medida hace pasar un rayo de luz a través de la muestra determina la luz que es reflejada por las partículas, pero solo en un ángulo de  $90^{\circ}$  con respecto al rayo incidente.



### **Vaso de precipitados**

Recipiente contenedor de líquidos de forma cilíndrica y fondo plano. Existen de varias capacidades (distintos volúmenes, diámetros y alturas) y suelen estar graduados, pero no calibrados, por lo que su graduación no es exacta.

También se utiliza para calentar, disolver o preparar reacciones.

Puede ser de vidrio y también de material plástico.

# Referencias bibliográficas

- EPA. 1993. "Method 350.1: Determination of Ammonia Nitrogen by Semi-Automated Colorimetry," Revision 2.0.
- ISO 7150-1:1984. Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method
- DIN 38406-5-German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; cations (group E); determination of ammonia-nitrogen (E 5)
- DIN EN ISO 11905-1:1997. Preview Water quality - Determination of nitrogen - Part 1: Method using oxidative digestion with peroxodisulfate
- EPA 365.2: Phosphorous, All Forms (Colorimetric, Ascorbic Acid, Two Reagent)
- ISO 6878:2004. Water quality - Determination of phosphorus - Ammonium molybdate spectrometric method
- APHA, AWWA, WEF, 2012. Standard methods for the examination of waters and wastewaters. 22nd ed. Washington, DC: APHA-AWWA-WEF; 2012.
- Área Medio Ambiente. Universitat Politècnica de València.  
<http://www.upv.es/medioambiente>
- Guía Laboral de Prevención de Riesgos Laborales. 2017. Ministerio De Empleo y Seguridad Social. ISBN: 978-84-340-2191-4.

Notas Técnicas de Prevención. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el trabajo.  
<http://www.insht.es/portal/site/Insht/menuitem.a82abc159115c8090128ca10060961ca/?vgnnextoid=db2c46a815c83110VgnVCM100000dc0ca8c0RCRD&text=laboratorios>

UNE-EN ISO 17892-1:2015; Investigación y ensayos geotécnicos. Ensayos de laboratorio de suelos. Parte 1: Determinación de la humedad

Directiva 2008/50/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 21 de mayo de 2008, relativa a la calidad del aire ambiente y a una atmósfera más limpia en Europa.

Real Decreto 102/2011, de 28 de enero, relativo a la mejora de la calidad del aire.