

**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE REMOCIÓN DE HIERRO POR MEDIO DE LA
ZEOLITA CLINOPTILOLITA EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES
INDUSTRIALES**

**VIVIAN STEFANY FIERRO MÁRQUEZ
PAULA NICHOLL RAMÍREZ GAITÁN**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ
2016**

**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE REMOCIÓN DE HIERRO POR MEDIO DE LA
ZEOLITA CLINOPTILOLITA EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES
INDUSTRIALES**

**VIVIAN STEFANY FIERRO MÁRQUEZ
PAULA NICHOLL RAMÍREZ GAITÁN**

**Proyecto Integral de Grado para optar el título de
INGENIERO QUÍMICO**

**Asesor
FERNANDO MORENO
Ingeniero Químico**

**Director
MARÍA ISABEL SANABRIA
Ingeniera Química**

**Co-Director
DIEGO ANDRÉS HENAO GONZÁLES
Ingeniero Químico**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ
2016**

Nota de aceptación

Ing. Edgar Fernando Moreno T
Orientador

Ing. Diana Cuesta
Jurado 1

Economista. Luis Jaime López Díez
Jurado 2

Bogotá D.C., Agosto de 2016

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. JAIME POSADA DÍAZ

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS

Secretario General

Dr. JUAN CARLOS POSADA GARCÍA-PEÑA

Decano General Facultad de Ingenierías

Ing. JULIO CÉSAR FUENTES ARISMENDI

Director Programa de Ingeniería química

Ing. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores

AGRADECIMIENTOS

Expresamos nuestros más sinceros agradecimientos a:

La empresa PME S.A.S y a todo su personal, por abrirnos las puertas y tratarnos de una manera especial, facilitándonos sus instalaciones y por su constante ayuda a lo largo de este proyecto.

A la empresa LUCTA GRANCOLOMBIANA S.A por colaborarnos con las muestras de aguas residuales y por la ayuda desinteresada del Ingeniero Andrés Tolosa que tuvo la bondad de auxiliarnos cuando lo necesitamos.

A la Ingeniera María Isabel Sanabria, directora del proyecto, por su inigualable colaboración, por abrirnos las puertas de su empresa, por compartir sus conocimientos con nosotras, por su compromiso, consejos, confianza, paciencia y generosidad en el desarrollo de este proyecto. Gracias por todo.

Al Ingeniero Diego Andrés Henao, Co director del proyecto, gran amigo, consejero, por su paciencia, lealtad, compromiso, serenidad, solidaridad, comprensión, apoyo, por brindarnos su experiencia, conocimiento y guiarnos en toda esta etapa, mil gracias amigo.

Al Orientador del proyecto, el Ingeniero Edgar Fernando Moreno, por su comprensión, confianza, asesoría, consejos, y apoyo para superar los obstáculos que se presentaron en el transcurso de este proyecto.

Al Ingeniero Willian Javier Espitia, quien desinteresadamente nos brindó su ayuda, sus consejos y despejó dudas y obstáculos. Toda nuestra admiración y respeto para usted Ingeniero William.

Al Ingeniero Jaime Eduardo Arturo Calvache, por su total apoyo, consejos y amistad a lo largo de la carrera universitaria, por compartir su conocimiento y por su preocupación para con nosotras.

Al Docente Luis Jaime López Díez por su colaboración, enseñanzas, amistad, recomendaciones y por siempre recibirnos de la mejor manera para despejar dudas sobre el proyecto. Gracias estimado profesor.

A la Ingeniera Lina Herrera Cruz y al Ingeniero Eduardo Pinzón de Terkim S.A.S por facilitarnos el acceso a varias de las materias primas necesarias para llevar a cabo el proyecto.

A nuestra universidad, familia, docentes, amigos, compañeros y a todos los que de una u otra forma compartieron su conocimiento e hicieron posible la realización de este proyecto y nuestra formación profesional

DEDICATORIA

Dedico este triunfo profesional, en primer lugar a mi Padre Celestial, quien en su infinita bondad, permitió que este proyecto de vida, se hiciera realidad.

A mi madre: Elsa Beatriz, quien ha sido el faro que alumbra mi existir, la mujer que desde niña, me inculcó valores y buenos sentimientos y quien incondicionalmente me ha brindado su apoyo, sus cuidados y su amor. Gracias madre mía, te amo infinitamente.

A mis hermanos: Cindy Lorena y Yordy Alejandro, porque además de ser mis compañeros de vida, han compartido conmigo, mis triunfos, mis tristezas y mis alegrías.

A mis dos amados ausentes: Mi Padre y mi Hermano, a quienes la muerte me arrebató, pero que hoy desde el cielo se hacen partícipes de mis triunfos y me envían su infinito amor.

A mi sobrino, Martín Santiago, por ser el remplazo de mi hermano ausente, quien llenó el vacío y mitigó el dolor, que la prematura partida de mi hermano nos dejó.

A mis tíos Gloria y José Ronney, por sus palabras de aliento, por sus buenos consejos y por ser otros padres para mí.

A mis amigos cercanos, en especial a mi compañera de pregrado y de tesis Nicholl, con quien a través de la carrera, fuimos superando poco a poco los momentos de dificultad, pero que hoy gracias a Dios, vemos que nuestros esfuerzos, valieron la pena y alcanzaron el fruto deseado.

¡A todos muchas gracias, los llevo en mi corazón ¡

Vivian Stefany Fierro Márquez

DEDICATORIA

Quiero dedicar primero este trabajo a Dios por brindarme la fuerza y sabiduría para culminar este trabajo y carrera, por permitirnos abrir todas aquellas puertas que hicieron que esto culminara satisfactoriamente. A mi mamá Martha Janeth por darme ejemplo de perseverancia, responsabilidad y amor en cada una de las cosas que se hacen en la vida, por brindarme el apoyo incondicional en cada paso de esta carrera, por enseñarme a valorar y esforzarme cuando se quiere algo en la vida y lograr las metas, no tengo palabras para expresar tanto agradecimiento que tengo por el esfuerzo que ella ha hecho. A mi hermana Nataly por su comprensión y paciencia en la culminación de mi carrera, por entenderme y ser una compañera de camino permanente. A mi abuela Gladys por su amor y preocupación para que sea cada día mejor y sea su primera nieta profesional. A mi papá Ricardo que a pesar de la distancia siempre me inculcó que el amor al estudio será lo más importante en la vida y es lo que me hace ser alguien y a toda mi familia por hacerme ver que la unión, la perseverancia, la honestidad, la responsabilidad y la dedicación son los pilares de la vida. A todos nuestros compañeros que nos brindaron su apoyo tanto emocionalmente como académicamente en la realización de este trabajo y en cada uno de los semestres por no permitirnos desfallecer y continuar con nuestro sueño. A mi compañera Vivian por su paciencia, inteligencia y amor que sin ella este trabajo no tendría el mismo fin, además de ser la compañera leal durante toda esta carrera. A todos ellos y demás que hicieron parte de este proceso en mi formación de Ingeniera Química dedico este trabajo por acompañarme en esta etapa y lograr una de mis metas.

Paula Nicholl Ramírez Gaitán

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	26
OBJETIVOS	27
1. GENERALIDADES	28
1.1 CARACTERÍSTICAS DE LAS AGUAS RESIDUALES	28
1.1.1 Aguas residuales domésticas (ARD)	28
1.1.2 Aguas residuales industriales (ARI)	29
1.2 TRATAMIENTO DEL AGUA	30
1.2.1 Tratamiento preliminar	30
1.2.2 Tratamiento Primario	30
1.2.3 Tratamiento Secundario	32
1.2.4 Tratamiento Terciario	32
1.3 TOMA DE MUESTRAS AGUAS RESIDUALES	32
1.4 ZEOLITA	33
1.4.1 Estructura	34
1.4.2 Zeolita Natural Clinoptilolita	36
1.4.3 Propiedades de la Zeolita	37
1.5 ADSORCIÓN	38
1.6 PROCESO PRODUCTIVO DE FRAGANCIAS Y AROMAS PARA CONSUMO HUMANO Y ADITIVOS PARA NUTRICIÓN ANIMAL	39
1.7 NORMATIVIDAD COLOMBIANA	40
2. CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL EN PROCESOS DE PRODUCCIÓN DE FRAGANCIAS Y AROMAS PARA CONSUMO HUMANO Y ADITIVOS PARA NUTRICIÓN ANIMAL	42
2.1 LOCALIZACIÓN DE MUESTREO	42
2.2 TOMA DE MUESTRA DE AGUAS RESIDUALES.	43
2.3 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y QUÍMICAS	45
2.3.1 Análisis de resultados	46
2.4 ANÁLISIS DE CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL EN PROCESOS DE PRODUCCIÓN DE FRAGANCIAS Y AROMAS PARA CONSUMO HUMANO Y ADITIVOS PARA NUTRICIÓN ANIMAL	48

3. TRATAMIENTO PREVIO AL AGUA	49
3.1 AJUSTE DE PH EN MUESTRA	49
3.2 COAGULANTE	49
3.1.1 Dosis del coagulante	50
3.2 FLOCULANTE	51
3.3 TEST DE JARRAS	52
3.3.1 Determinación de cantidades de coagulante y floculante..	54
3.3.2 Resultados de Test de Jarras	54
3.4 CARACTERIZACIÓN AGUA PRE-TRATADA	56
3.4.1 Análisis de resultados	57
3.5 ANÁLISIS DE PRE-TRATAMIENTO DE MUESTRA	60
4. REMOCIÓN DE HIERRO POR MEDIO DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA	61
4.1 HIERRO	61
4.2 . TÉCNICAS USADAS PARA REMOCIÓN DE HIERRO EN AGUA	61
4.3 ACONDICIONAMIENTO DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA	62
4.3.1 Zeolita Natural	62
4.3.2 Zeolita Pre tratada	63
4.4 DISEÑO DE EXPERIMENTOS	64
4.4.1 Selección de diseños factoriales	64
4.4.2 Análisis ANOVA	67
4.5 MONTAJE DE EXPERIMENTACIÓN Y FILTRACIÓN	68
4.6 RESULTADOS DE LAS PRUEBAS	69
4.7 DETERMINACIÓN DE LA REMOCIÓN HIERRO EN AGUA	70
4.8 ISOTERMA DE ADSORCIÓN	71
4.9 ANÁLISIS REMOCIÓN HIERRO POR ZEOLITA CLINOPTILOLITA E ISOTERMA DE ADSORCIÓN	79
5. COSTOS	80
6. CONCLUSIONES	84
7. RECOMENDACIONES	85
BIBLIOGRAFÍA	86
ANEXOS	89

LISTA DE FIGURAS

	pág
Figura 1. Representación de la estructura básica de la zeolita	35
Figura 2. Estructuras típicas de las zeolitas (A) Atómica (B) Tetraédrica (C) Cristalina	36
Figura 3. Rotulado muestra agua sin preservar	44
Figura 4. Rotulado muestra agua preservada	44

LISTA DE CUADROS

	pág.
Cuadro 1. Propiedades de la Zeolita	38
Cuadro 2. Normatividad Relacionada Con El Proyecto	40

LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Relación Dosis Cog-Floc vs Turbidez	56
Gráfica 2. Comparación DQO en muestras	57
Gráfica 3. Comparación SST en muestras	58
Gráfica 4. Comparación Hierro en muestras	59
Gráfica 5. Comparación Turbidez en muestras	59
Gráfica 6. Curva de Regresión lineal	68
Gráfica 7. Zeolita Natural Virgen 60 g, altura capa 5 cm	75
Gráfica 8. Zeolita Natural Virgen 180 g, altura capa 15 cm	75
Gráfica 9. Zeolita Natural Activada 60 g, altura capa 5 cm	76
Gráfica 10. Zeolita Natural Activada 180 g, altura capa 15 cm	76
Gráfica 11. Isotherma Zeolita Natural Virgen 60 g, altura capa 5 cm	77
Gráfica 12. Isotherma Zeolita Natural Virgen 180 g, altura capa 15 cm	77
Gráfica 13. Isotherma Zeolita Natural Activada 60 g, altura capa 5 cm	78
Gráfica 14. Isotherma Zeolita Natural Activada 180 g, altura capa 15 cm	78

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Características iniciales del agua residual industrial	45
Tabla 2. Comparativo de resultados caracterización con Resolución 631 del 2015	46
Tabla 3. Variación de viscosidad según concentración a temperatura de 25°C	52
Tabla 4. Dosificaciones de Coagulante y Floculante	54
Tabla 5. Resultados método test de jarras	54
Tabla 6. Resultados caracterización agua pre-tratada	56
Tabla 7. Comparación resultados con la norma	57
Tabla 8. Resultado de diseño de experimentos	66
Tabla 9. ANOVA	67
Tabla 10. Concentración de Hierro en la zeolita natural virgen	69
Tabla 11. Concentración de Hierro en la zeolita natural activada	70
Tabla 12. Porcentaje de remoción de hierro	71
Tabla 13. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.937	72
Tabla 14. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.813	72
Tabla 15. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.622	73
Tabla 16. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.47	73
Tabla 17. Costos Caracterización Inicial Agua Residual	80
Tabla 18. Costos Pre tratamiento Agua Residual	81
Tabla 19. Costos Última Fase Experimentación	82
Tabla 20. Costos Última Caracterización y Mano de Obra	82

LISTA DE IMÁGENES

	pág.
Imagen 1. Morfología Típica de la zeolita Clinoptilolita	37
Imagen 2. Geo localización del punto de recolección de muestra	42
Imagen 3. Transporte de la muestra	43
Imagen 4. Transporte de la muestra	43
Imagen 5. Identificación muestra residual	44
Imagen 6. Equipo de test de Jarras	52
Imagen 7. Referencia floculador	53
Imagen 8. Muestra inicial, pre-tratada y filtrada	55
Imagen 9. Zeolita natural Clinoptilolita	63
Imagen 10. Zeolita natural Activada	64
Imagen 11. Montaje de la experimentación	69

LISTA DE DIAGRAMAS.

	pág.
Diagrama 1. Procesos de la empresa Lucta Grancolombiana en donde interviene el agua	40
Diagrama 2. Proceso de test de Jarras, según NTC-ISO 3903	53

LISTA DE FÓRMULAS

	pág.
Fórmula 1. Fórmula general Zeolita	35
Fórmula 2. Fórmula molecular Zeolita Clinoptilolita	36
Fórmula 3. Fórmula química de la poliacrilamida catiónica	51
Fórmula 4. Reacción química de oxidación	64

LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Porcentaje de remoción de turbidez	55
Ecuación 2. Porcentaje de remoción de Hierro	70
Ecuación 3. Balance de materia Hierro	71
Ecuación 4. Isotherma de Freundlich	74
Ecuación 5. Isotherma de Freundlich de manera logarítmica	74

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Requerimientos para manejo de muestreo de preservación y almacenamiento de muestras	90
Anexo B. Ficha Técnica del Policloruro de Aluminio o PAC	92
Anexo C. Ficha Técnica Poliacrilamida Catiónica	93
Anexo D. Ficha Técnica Zeolita Clinoptilolita	94
Anexo E. Ficha Técnica Floculador E&Q F4-300	96
Anexo F. Ficha Técnica bomba dosificadora Hanna	97
Anexo G. Ficha Técnica Sulfato de Manganeso	98
Anexo H. Ficha Técnica Espectrofotómetro Hach DR-2700	102
Anexo I. NTC- 3903 Agua, procedimiento para el método de jarras en la coagulación – floculación del agua	103
Anexo J. NTC 5667-1 Directrices para el diseño de programas de muestreo	111
Anexo K. NTC 5667-3 Directrices para la preservación	127

LISTA DE ABREVIATURAS

%	Porcentaje
[]	Concentración
°C	Grados Centígrados
Å	Angstrom
µS/cm	Microsiemens por centímetro
C _f	Concentración Final
C _i	Concentración Inicial
CPS	Centipoises
DBO	Demanda Biológica de Oxígeno
DQO	Demanda Química de Oxígeno
Fe	Hierro
g/cm ³	Gramo por centímetro cúbico.
L	Litro
M	Metro
ml	Mililitro
Mn	Manganeso
Mm	Milímetro
m/v	Masa sobre volumen
m ² /g	Metro cuadrado por gramo
m ³ /s	Metro cúbico por segundo

mg/cm ³	Miligramo por centímetro cúbico
mg eq/ g	Miligramo equivalente por gramo
mg Fe/L	Miligramo de Hierro por litro
mg/L	Miligramo por litro
Nm	Nanómetros
PAC	Policloruro de aluminio.
pH	Potencial eléctrico
POE	Procedimiento operativo estándar
SST	Sólidos suspendidos totales
Tf	Turbiedad final
Ti	Turbiedad inicial

GLOSARIO

ADSORCIÓN: operación de transferencia de masa en el que un sólido cuando es puesto en contacto con una mezcla fluida retiene moléculas de gas o líquido en su superficie. En este proyecto el sólido es la zeolita.

BACTERIAS: son aquellos microorganismos cuyas células son procariotas, lo que indica que no tienen un núcleo definido, son organismos ubicuos es decir pueden crecer en todo tipo de hábitat.

CALIDAD DEL AGUA: es el resultado de comparar las características físicas, químicas y microbiológicas encontradas en el agua, con el contenido de las normas que regulan la materia.

COAGULACIÓN: proceso en el cual se desestabilizan las partículas que estén suspendidas en el fluido donde se reducen las fuerzas de separación entre ellas, se desestabilizan los coloides por medio de la neutralización de cargas para dar formación de un floculo.

CONDUCTIVIDAD DEL AGUA: capacidad del agua para conducir cargas eléctricas, en donde está relacionada con la concentración por iones presentes en ella.

CONTAMINANTE: sustancia que se encuentra en un medio al cual no pertenece y causa efectos dañinos o adversos a lo que la contenga.

COSTO: es aquello en donde está involucrado una inversión de dinero de una persona natural o jurídica, con el objetivo de efectuar un gasto económico para adquirir un servicio o bien.

DEMANDA QUÍMICA DE OXIGENO (DQO): la Demanda Química de Oxígeno se define como la cantidad especificada de un oxidante que reacciona con la muestra bajo condiciones controladas. La cantidad de oxidante consumida se expresa en términos de su equivalente de oxígeno, se usa con frecuencia para medir contaminantes en aguas residuales y en aguas naturales.

EFLUENTE: es la salida de un fluido de agua de un sistema, ya sea un tanque de almacenamiento o un proceso de tratamiento de agua.

ESPECTROFOTOMETRÍA: método de análisis óptico que mide la cantidad de energía de luz que absorbe o transmite una sustancia, en función de la longitud de onda.

FILTRACIÓN: proceso en el cual se separan partículas sólidas de un líquido por medio de un material poroso.

FLOCULANTE: es un proceso químico en el cual se acumulan los floculos hechos en el proceso de coagulación, la cual facilita la aglomeración de los flocs para su posterior sedimentación.

HIERRO: es el elemento químico más abundante en el planeta de color gris azulado, su principal propiedad es la magnetización y buen conductor de electricidad.

IÓN: átomo, o grupo de átomos cargados eléctricamente y cuyas cargas son el resultado de la ganancia o pérdida de uno o más electrones molécula.

MATERIALES POROSOS: se definen como sólidos que contienen poros, cavidades o canales disponibles para la difusión de sustratos.

METALES PESADOS: son sustancias cuyo peso molecular es alto, la densidad de estos metales es al menos cinco veces mayor a la del agua. Los más importantes son el arsénico, cadmio, cobalto, cromo, cobre, mercurio, níquel, plomo, estaño y cinc.

MUESTRA: parte representativa de un material bajo estudio, la cual permite conocer la calidad del mismo.

PLANTA DE TRATAMIENTO: estructura donde se desarrolla un proceso de purificación del agua.

POTENCIAL HIDROELÉCTRICO pH: es el indicador de la concentración de iones hidronio presentes en las sustancias.

SÓLIDOS SEDIMENTABLES: es la cantidad de material que sedimenta de una muestra en un periodo de tiempo

SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES (TDS): son la suma de los minerales, sales, metales, cationes o aniones disueltos en el agua. Esto incluye cualquier elemento presente en el agua que no sea molécula de agua pura y sólidos en suspensión.

SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES (SST): es todo el material particulado suspendido presente en el agua, hace referencia a la cantidad de residuos retenidos después del proceso de filtrado.

TEST DE JARRAS: proceso a nivel laboratorio de clarificación de agua, el cual permite evaluar las cantidades de coagulante y floculante, tiempo y velocidad del proceso.

TETRAEDRO: poliedro con cuatro caras triangulares.

TURBIEDAD: falta de transparencia de un líquido por presencia de partículas en suspensión.

ZEOLITA NATURAL: las zeolitas son minerales aluminosilicatos hidratados originados por fenómenos geológicos de transformación como resultado de una reacción con aguas alcalinas de cenizas volcánicas depositadas en lagos y mares someros, posee una porosidad natural debido a que tiene una estructura cristalina.

VERTIMIENTO: descarga de cualquier material indeseado al ambiente.

RESUMEN

En el presente trabajo se desarrolla un proceso de remoción de hierro en aguas residuales empleando zeolita natural tipo clinoptilolita virgen y zeolita natural activada con óxido de manganeso por vía artificial a partir de sulfato de manganeso. El desarrollo experimental se realizó en la empresa PME S.A.S e involucró tres importantes etapas: caracterización inicial del agua, pre tratamiento y tratamiento con la zeolita. La primera etapa de caracterización se realiza con el fin de determinar los parámetros no conformes con la normatividad vigente. El pre tratamiento del agua residual con policloruro de aluminio (PAC) como coagulante y poliacrilamida catiónica como floculante remueve contaminantes y evita que el agua llegue con mucha carga orgánica y sólidos suspendidos al momento de filtrarse por la zeolita para que no ocasione una rápida saturación de esta. La experimentación del agua pre tratada con la zeolita se realizó en una columna de vidrio de 16 cm de altura y 4 cm de diámetro donde se varía la altura de zeolita en la columna para analizar la influencia de cantidad de zeolita en la remoción de hierro en el agua residual, el diseño experimental arrojó un número de 12 experimentos para determinar el porcentaje de remoción de hierro en las muestras, el mayor porcentaje de remoción de hierro fue de 58,20% para la muestra 6 de zeolita natural virgen. No se obtuvieron mayores porcentajes de remoción con la zeolita natural activada. Los factores que mayor influencia tuvieron en el experimento de la remoción de hierro fueron la altura de la capa de zeolita así como el tipo de zeolita natural virgen o activada.

Las caracterizaciones del agua residual en las etapas del proyecto se realizaron de acuerdo a las normas técnicas Standard Methods for Examination of Water and Wastewater 22th y los análisis de hierro se hicieron mediante espectrofotometría con una longitud de onda de 510 nm.

Se incluyen además, isotermas de adsorción de hierro por el modelo experimental expresado por Letterman y la American Water Works Association para describir un mejor mecanismo de adsorción entre la zeolita y el hierro.

PALABRAS CLAVES:

- Hierro
- Zeolita
- Remoción
- Aguas residuales

INTRODUCCIÓN

El sector alimenticio es el principal contaminante en cuanto a materia orgánica se refiere. Las características físico-químicas que hacen parte del agua y que indican la carga contaminante son las altas concentraciones de demanda química de oxígeno (DQO), demanda biológica de oxígeno (DBO), sólidos suspendidos totales (SST), sustancias activas de azul de metileno (SAAM), grasas y aceites, turbidez, pH, temperatura, conductividad y hierro, cada uno de estos parámetros hace que las características del agua sufran una perturbación y no puedan ser consumidas por el humano como indica la Resolución 631 del 2015.

De esta manera la empresa Ingeniería Petrolera Minero Energética PME S.A.S plantea como primera investigación el tratamiento de aguas asociadas a la producción de aromas y fragancias para consumo humano y aditivos para nutrición animal con Zeolita Clinoptilolita. La muestra de agua fue proporcionada por la empresa piloto Lucta Grancolombiana S.A.S la cual sirve como objeto de estudio. El objetivo de PME S.A.S es reducir la cantidad de hierro presente en el agua con Zeolita Clinoptilolita como medio filtrante, enfocándose en evaluar la remoción de hierro y su comportamiento adsorptivo, conociendo primero la carga contaminante para luego pre tratarla por medio de un test de jarras y por ultimo conocer los costos de la investigación.

PME S.A.S escoge la Zeolita Clinoptilolita por las propiedades adsorptivas que esta presenta, donde es capaz de remover o disminuir la cantidad de DQO, DBO, SST y metales pesados. El grado de selectividad de este material para remover metales pesados va desde la remoción de plomo, cadmio, hierro, cobre, cinc hasta níquel. Teniendo en cuenta el grado de selectividad de la zeolita y la caracterización del agua residual industrial PME S.A.S pretende disminuir la carga contaminante por medio del tratamiento planteado para obtener un agua clarificada y se dé un cumplimiento a la resolución 631 del 2015.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la remoción de hierro por medio de la Zeolita Clinoptilolita en el tratamiento de aguas residuales industriales.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar el agua residual industrial para el caso de estudio.
- Adecuar el pre-tratamiento del agua residual industrial del proceso de estudio.
- Evaluar la capacidad de remoción de hierro en la Zeolita Clinoptilolita experimentalmente.
- Realizar una evaluación de costos del tratamiento de agua con la Zeolita Clinoptilolita.

1. GENERALIDADES

En este capítulo se contemplan los aspectos técnicos referentes al proyecto, abordando las generalidades de los temas que hacen parte de este, es decir, la clasificación de las aguas residuales, los tipos de tratamientos de aguas existentes, la manera en que se debe realizar y bajo qué parámetros se hace un muestreo de agua donde se debe seguir las cadenas de custodia establecidas por el manual de toma de muestra Colombiano, las características de la zeolita clinoptilolita en el proceso de filtrado, el proceso de producción en el que está involucrado el manejo del agua de la empresa y por último las leyes y decretos referentes a vertimientos de aguas en Colombia, para determinar de esta manera la metodología más pertinente en el proyecto. La empresa Ingeniería Petrolera Minero Energética PME S.A.S se encuentra ubicada en la ciudad de Bogotá, se dedica al tratamiento de agua en el sector petrolero y al mejoramiento ecológico, es por esto que la presente investigación se realiza con el fin de mejorar la calidad del agua.

1.1 CARACTERÍSTICAS DE LAS AGUAS RESIDUALES

Las aguas residuales según su procedencia, presentan ciertas características físicas, químicas y biológicas específicas y diferenciables que justifican una identificación oportuna de sus contrastes. La finalidad de esta caracterización, es asegurar un manejo del agua residual al momento de filtrar el agua por la zeolita y darle posibles destinos para realizar su disposición final en algún afluente hídrico, generando un mínimo impacto ambiental y cumpliendo con la resolución 631 del 2015.

Según sea su procedencia las aguas residuales se dividen en domésticas o industriales, teniendo como principal diferencia la carga contaminante que aporta el proceso al que es sometida. A continuación, se describen los constituyentes que tienen las aguas residuales domésticas e industriales, los métodos de análisis y las unidades que se emplean para caracterizar los diferentes componentes contaminantes que dan origen al agua residual.

1.1.1 Aguas residuales domésticas (ARD). Las aguas residuales domésticas se caracterizan por su alto grado contaminante de materia orgánica en forma de sólidos solubles y en suspensión. Estos son provenientes de cocinas, baños y lavado de ropa que luego llegan al alcantarillado público.¹ Igualmente, las aguas residuales de origen doméstico se pueden subdividir en aguas negras que son aquellas que transportan heces y orina y aguas grises que son aquellas que contienen grasas y aguas jabonadas.

¹ BARBA, Luz Edith. Conceptos básicos de la contaminación de agua y parámetros de medición. Universidad del Valle. Facultad de ingenierías. Departamento de ingeniería sanitaria y ambiental Cali, Colombia, 2002. p 23.

Estas aguas presentan altas concentraciones de cloruros, sulfatos, nitritos, nitrógeno, fósforo, sólidos y materia orgánica, en donde este último en aguas vertidas da como resultado una depresión en la presencia de oxígeno disuelto.

1.1.2 Aguas residuales industriales (ARI). Las aguas residuales industriales surgen de los procesos de transformación y de enfriamiento correspondientes a la actividad económica de la empresa que los genera. Las características de este tipo de aguas varían según los procesos en el que son involucradas, ya sean alimenticios, de hidrocarburos o fabricación y manufactura de bienes. Sin embargo, es posible decir de manera gruesa que en la mayor parte de aguas industriales se encuentra materia orgánica proveniente de la industria alimenticia o de curtiembres.

Para el caso de los metales pesados como el cadmio, cromo, níquel o plomo, se puede afirmar que son provenientes de la industria química y farmacéutica. Gran parte de las grasas y aceites provienen de la industria automotriz y en lo que respecta a las propiedades organolépticas, es aceptado que provienen de toda la industria química, de textiles y de fármacos.²

- **Características físicas.** Las características físicas de las aguas residuales son aquellas que por su temperatura, color, olor, contenido de sólidos flotantes y materia en suspensión dan una apariencia específica a las aguas. Los sólidos totales, suspendidos y sedimentables generan un cambio en el potencial hidroeléctrico que actúa como precursor de reacciones de oxidación apreciables en consumo de oxígeno disuelto, perturbando de esta manera directamente el hábitat de la fuente hídrica.

- **Características químicas.** Las aguas residuales de tipo industrial reciben una gran carga de materia orgánica e inorgánica, que como ya se mencionó con anterioridad, dependen del tipo de proceso al que se somete. Con una adecuada caracterización, es posible identificar presencia de sales, nutrientes, sustancias tóxicas o metales pesados (sustancias de origen inorgánico) o carbohidratos, proteínas o grasas (sustancias de origen orgánico). De igual manera se pueden presenciar gases producto de la descomposición biológica de la materia orgánica tales como dióxido de carbono, metano, amoníaco y ácido sulfúrico.

² CUBILLOS, Armando. Proyecto de desarrollo tecnológico de las instituciones de abastecimiento de agua potable y alcantarillado: parámetros y características de las aguas residuales. Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente. Lima, Perú; p. 3 - 4

1.2 TRATAMIENTO DEL AGUA

Para el tratamiento de aguas residuales existen varios procesos y operaciones unitarias. Por lo general se tienen las siguientes etapas: Tratamiento preliminar, primario, secundario, y terciario.

1.2.1 Tratamiento preliminar. Se realiza por medio de procesos físicos y/o mecánicos, como rejillas, desarenadores y trampas de grasa, dispuestos convencionalmente de manera que permitan la retención y remoción del material extraño presente en las aguas residuales³.

1.2.2 Tratamiento Primario. En esta etapa se remueve una porción de los sólidos suspendidos y de la materia orgánica del agua residual. Esta remoción normalmente es realizada por operaciones físicas como la sedimentación. El efluente del tratamiento primario usualmente contiene alto contenido de materia orgánica y una relativamente alta DBO. Los tratamientos más utilizados son: la sedimentación primaria y la precipitación química o coagulación,⁴ en este paso se elimina hasta en un 90% las bacterias, 70% los virus y 90% de protozoos.⁵

- **Coagulación.** Es un proceso químico el cual consiste en la formación de sales insolubles, en donde un ión se transforma en otro con mayor o menor estado de oxidación para formar un compuesto insoluble, las partículas suspendidas se desestabilizan lo que reduce las fuerzas de separación entre ellas, dando lugar a la formación de un precipitado.

Existen varios tipos de coagulantes tales como sales de hierro, sales de aluminio y polímeros, el coagulante al ser añadido al agua crea una reacción química y elimina las cargas negativas que causan que las partículas se repelen entre sí.

Los coagulantes más usados son las sales de aluminio. Este compuesto presenta una desventaja considerable y es que presenta cierto factor de pH que debe ser controlado con miras a obtener un óptimo rendimiento. De no controlarse esta variable se corre el riesgo de que la clarificación del agua no sea adecuada y no

³ ESPINOSA, Laura. Estudios de tratabilidad de agua residual industrial utilizando tecnología de membranas. Trabajo de profundización Magister en ingeniería ambiental. MANIZALES, COLOMBIA: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de ingeniería y arquitectura. Departamento de ingeniería química, 2015. p. 29.

⁴ RIGOLA LAPENA, Miguel. Tratamiento de aguas industriales: Aguas de proceso y residuales. Barcelona: Marcombo, 1.990. p. 142.

⁵ ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD, Guías para la calidad del agua potable. Estados Unidos. Vol. 1. 2006.p., 287.

podrá ser reutilizada. Además, este factor tiene una relación directa con la aparición de enfermedades neurodegenerativas⁶.

Los coagulantes de tipo inorgánico polimerizados son la nueva alternativa debido a que su desempeño es superior en cuanto a la remoción de materia orgánica y partículas en suspensión. Igualmente el uso de estos agentes inorgánicos garantiza un proceso de mínima variación a bajo costo⁷. Los coagulantes polimerizados son conocidos como PAC y tienen variaciones químicas con respecto a los coagulantes de sales de aluminio debido a que las aglomeraciones formadas son más pequeñas, haciendo que se forme menos turbiedad en suspensión. Adicionalmente, por su gran capacidad, presenta menores variaciones en hidrólisis de Al (III), es de mejor calidad y su estructura es superior.

- **Floculación.** Es un proceso químico donde las partículas que fueron desestabilizadas para formar coágulos se forman para hacer aglomeraciones mucho más grandes. Estas aglomeraciones son llamadas floculos y son dadas por la formación de enlaces físicos. Una vez aumentan su tamaño se sedimentan con más facilidad.

A diferencia de la coagulación donde la velocidad debe ser más rápida, en la floculación la velocidad debe ser mucho más lenta para evitar desestabilizar los aglomerados además una vez roto estos puentes es imposible su re-formación.

Existen varios tipos de floculantes conocidos como polielectrolitos o poliméricos, estos polímeros se pueden presentar de manera aniónica, catiónica y no iónica, cada una de estas se diferencia en la carga que poseen y su capacidad de polimerización.

Los floculantes anicónicos son ayudantes para la coagulación y acondicionadores de todo tipo de procesos de separación líquido-sólido debido a sus pesos moleculares y su carga.⁸

- **Sedimentación.** Es un proceso físico en donde se realiza la remoción de las partículas más pesadas por medio de la gravedad, los sólidos están formados por arena, limos y colides que fueron agrupados por medio de las dos etapas anteriores, a través del tiempo estas aglomeraciones se sedimentan al fondo del recipiente que lo contenga existiendo una separación sólido-líquido.

⁶ NORDBERG G. F. 1990. Human health of metals in drinking water: relationship to cultural acidification, citado por HERNÁNDEZ ROMERO I et al. Clarificación del arroyo el Hueleque de Poza Rica, Ver., Utilizando cal, sulfato de aluminio e hidroxiclورو de aluminio. Tuxpan: Revista Latinoamericana de Recursos Naturales, 2013. p. 2.

⁷ COGOLLO FLÓREZ, Juan Miguel. Clarificación de aguas usando coagulantes polimerizados: caso de hidroxiclورو de Aluminio.

⁸ KEMIRA, Información técnica Superfloc serie A-1800 PAMs anionicas en emulsión, México.

1.2.3 Tratamiento Secundario. Este tratamiento consiste en reducir la materia orgánica que fue tratada previamente y que esta diluida en sólidos sedimentables floculentos que son separados por sedimentación. El objetivo de este tratamiento es reducir o remover DBO soluble. Estas remociones se hacen por medio de procesos biológicos. Existen varios tipos de tratamiento secundario que dependen del agua a tratar y de las características fisicoquímicas propias del agua. Estos tratamientos pueden ser realizados por medio de lodos activados, lagunas aireadas, procesos biofísicos, filtros percoladores y lagunas de estabilización.

- Filtros percoladores. Consiste en un tanque que contiene un lecho de algún material sólido o grueso, las cuales tienen una relación alta de área/volumen.

1.2.4 Tratamiento Terciario. Su objetivo fundamental es la eliminación de contaminantes que no se eliminan con los tratamientos biológicos convencionales, es común utilizar microtamizados, filtración, precipitación, coagulación, adsorción (carbón activado o zeolita), intercambio iónico, ósmosis inversa, entre otros.

1.3 TOMA DE MUESTRAS AGUAS RESIDUALES

Se debe realizar un programa de recolección para que este muestreo garantice que la muestra será significativa y homogénea, en donde se ubique la localización exacta de toma de muestra, el tipo de método para la recolección, la cantidad pertinente para los análisis, el debido transporte y preservación de las muestras y por último el protocolo o procedimiento operativo estándar (POE).⁹ Además es necesario seguir las Normas Técnicas Colombianas que son aquellas que dan las directrices para la recolección de muestreo y conservación de las muestras.

En la localización de muestreo se deben identificar los puntos de recolección de muestra para tener idea de las características que el agua pueda presentar, el protocolo indica que la muestra debe ser identificada con la zona, ubicación, distrito, tipo de establecimiento (vivienda, industria, etc) y lugar de muestreo.

Los métodos de muestreo indican la manera pertinente en la que debe ser recolectada la muestra, es decir, para cada tipo de análisis de agua y con los equipos necesarios se puede identificar la manera de muestreo. Existen dos maneras de muestreo, sencillo y compuesto:

- Muestreo sencillo. El muestreo sencillo que consiste en la toma de una muestra en donde su composición se mantiene constante con el tiempo, este método sirve para determinaciones como lo es el oxígeno disuelto, pH, o temperatura, donde no se producen cambios secundarios. Además para la determinación de

⁹ INSTITUTO NACIONAL DE SALUD. Programa de vigilancia por laboratorio de la calidad de agua para consumo humano. Manual de instrucciones para la toma, preservación y transporte de muestras de agua de consumo humano para análisis de laboratorio. Bogotá D.C. 2011. p, 27.

DBO, DQO, dureza y compuestos orgánicos volátiles se puede emplear muestreo sencillo.

- Muestro compuesto. El muestreo compuesto es la mezcla de varias muestras sencillas en donde su composición si puede variar con el tiempo, este tipo de muestreo se hace en un intervalo de 24 horas.

Es importante tener en cuenta la cantidad y concentración de la muestra recolectada ya que esta permitirá identificar las cantidades necesarias para cada análisis ya sea físico, químico o biológico. Además, el agua al ser susceptible a cambios en su concentración desde el momento de muestreo hasta el análisis en laboratorio debe ser preservada y teniendo en cuenta las precauciones debidas durante el transporte de esta. Es necesario tener cuidado con la temperatura, la exposición a la luz, el recipiente en el que se envasa, el tiempo entre muestreo y análisis y la agitación o reposo durante el transporte.

El protocolo POE debe contener la información requerida que se tuvo en cuenta durante todo el muestreo.

- Localización. Nombre ubicación del sitio.
- Fecha y hora.
- Procedimientos, método de muestreo.
- Equipo de muestreo.
- Recipiente de muestreo.
- Preservación de la muestra.
- Cadena de custodia, requisitos de información, etiquetado.
- Observaciones.

Los recipientes empleados varían según el análisis fisicoquímico, los de vidrio son utilizados para determinar compuestos orgánicos, los de plástico deben ser de polietileno, policarbonato o teflón y son usados para determinar compuestos inorgánicos. Finalmente el transporte se realiza en una nevera que mantenga la temperatura correspondiente (4°C).

1.4 ZEOLITA

El primer tamiz molecular con estructura ordenada fue descrito en 1756 por Baron Cronsted¹⁰. Este material fue el mineral estilbita el cual dio lugar a una nueva clase de materiales como las zeolitas. Cronsted definió a este mineral, como aluminosilicatos cristalinos micros porosos hidratados de elementos alcalinos o

¹⁰ NÚÑEZ N., Yesenia E. Estudio de una zeolita natural del tipo clinoptilolita activada y no activada y su actividad en la deshidratación de alcoholes. Trabajo de grado Licenciatura Química. Cumaná.: Universidad del Oriente de Venezuela. Facultad de Ciencias, Departamento de Química. 2009. p. 8.

alcalinotérreos, con diámetros menores a 2nm. El nombre general de zeolita con el que designó a estos minerales deriva de las palabras griegas lithos: piedra, y zeo: que ebulle, y se debe a la propiedad de eliminar reversiblemente el agua mediante calentamiento.

Las zeolitas se consideran como uno de los grupos de minerales más abundantes sobre la tierra. Estos minerales, son materiales cristalinos complejos. Químicamente y estructuralmente, comprenden el mayor grupo de estructuras de los silicatos y sus propiedades más relevantes son porosidad, adsorción e intercambio iónico.¹¹ La zeolita contiene aluminosilicatos hidratados y cationes alcalinos y alcalino-térreos en donde se encuentran en una estructura tridimensional de tetraedros (tectosilicatos) y están unidos a través de átomos de oxígeno. Por su capacidad de adsorción y forma geométrica, la zeolita es capaz de retener moléculas de variedad de tamaños, además de intercambiar sus constituyentes catiónicos por medio de intercambio iónico. Algunos de los cationes que intercambia son el Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , y NH_4^{++} y compuestos como fosfatos, amonio y componentes de materia orgánica.¹²

Las zeolitas provienen de la roca volcánica natural producida por millones de años de alteraciones de cenizas volcánicas de aguas alcalinas lo que permitía la cristalización del material. Por esta razón, sus yacimientos naturales no son tan abundantes y comunes en el mundo.

Las zeolitas son conocidas también como tamices moleculares por tener la propiedad de permitir o no la entrada de moléculas de acuerdo a su tamaño, a través de los diferentes canales. La estructura ordenada de este mineral, junto con su elevada área superficial interna disponible para la adsorción selectiva de moléculas, convierte a estos materiales en unos perfectos absorbentes moleculares.¹³

1.4.1 Estructura. como se mencionó en la sección anterior, las zeolitas son aluminosilicatos. Pertenecen a la familia de los tectosilicatos, compuestos principalmente por aluminio, silicio, hidrógeno y oxígeno con elementos de los grupos I y II como cationes. La unidad básica estructural de la zeolita consiste en tetraedros de $[\text{SiO}_4]^{4-}$ y $[\text{AlO}_4]^{5-}$ conectados el uno al otro en las esquinas por medio de átomos de oxígeno.

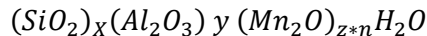
La fórmula general asignada a este tipo de materiales es:

¹¹ Ibid., p. 9

¹² CHICA T., Faber de J., *et al.*, La Zeolita en la mitigación ambiental. En: Revista lasallista de investigación. Bogotá. Vol. 3, No. 1, (ene. – jun. 2006); p 31.

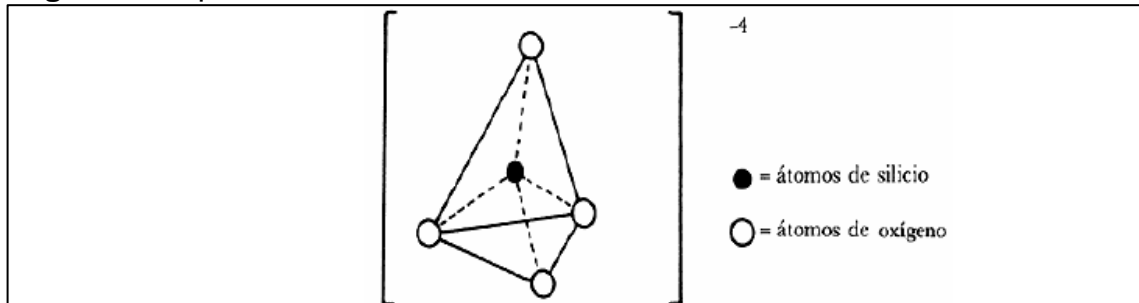
¹³ NUÑEZ, Op ., Cit., p 3.

Fórmula 1. Fórmula general Zeolita.



Siendo M un metal alcalino (Na^+ , K^+) o alcalinotérreo (Mg_2^+ , Ca_2^+) las cuales; se caracterizan químicamente por las relaciones moleculares de sus componentes siendo las variaciones realmente determinantes las existentes entre el contenido sílice/alúmina (SiO_2 / Al_2O_3).¹⁴

Figura 1. Representación de la estructura básica de la zeolita.



Fuente: Bosh, Pedro y SCHIFTER, Isaac. Qué es una zeolita? http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/55/htm/sec_3.html

En la **Figura 1** se muestra la unidad estructural de una zeolita donde se observa un átomo de silicio en el centro y cuatro de oxígeno en forma de tetraedro. “La complejidad de las estructuras de los silicatos se debe a las muy variadas formas en que se enlazan los grupos tetra édrales compartiendo iones oxígeno. De acuerdo con los resultados experimentales estos tetraedros se unen entre sí compartiendo oxígenos y forman, dependiendo de su disposición, la gran variedad de especies minerales conocidas.”¹⁵

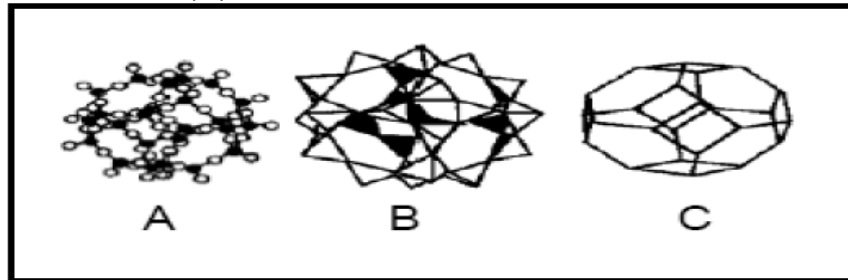
Las zeolitas presentan canales y cavidades de dimensiones moleculares en las cuales pueden encontrarse moléculas de agua, de adsorbatos o de sales, formando así una estructura rígida como se muestra en la **Figura 2**. Este tipo de estructura hace que las zeolitas presenten una superficie interna extremadamente grande entre 500 y 1000 m²/g con relación a su superficie externa.¹⁶

¹⁴ GIONNETTO, Giuseppe. Zeolitas: características, propiedades y aplicaciones industriales. Caracas: Editorial Innovación Tecnológica, 2000. p 30.

¹⁵ INSTITUTO LATINOAMERICANO DE LA COMUNICACIÓN EDUCATIVA. Qué es una zeolita? [En línea] [Citado el 20 de marzo del 2016] Disponible en: <http://goo.gl/btCKFE>

¹⁶ NUÑEZ, Op., cit., p. 5.

Figura 2. Estructuras típicas de las zeolitas (A) Atómica (B) Tetraédrica (C) Cristalina

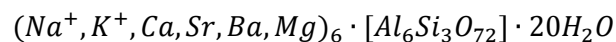


Fuente: Núñez N., Yesenia E. Estudio de una zeolita natural del tipo clinoptilolita activada y no activada y su actividad en la deshidratación de alcoholes. 2009. p. 4

La capacidad de adsorción de la zeolita es debido a que su volumen está constituido por el 50% de espacios porosos lo que concede una capacidad de almacenamiento significativo. La hidratación o deshidratación de estas no cambia su estructura por lo que pueden llenarse de líquidos o gases en ciclos repetidos. Debido a su estructura porosa y a su intercambio iónico las zeolitas son utilizadas para diversas aplicaciones industriales como adsorbentes o catalizadores heterogéneos.

1.4.2 Zeolita Natural Clinoptilolita. la clinoptilolita es una zeolita natural de aluminosilicatos de sodio, potasio, y calcio hidratado. Su nombre fue propuesto por Schaller en 1932. Este tipo de zeolita tiene la siguiente fórmula molecular:

Fórmula 2. Fórmula molecular Zeolita Clinoptilolita.



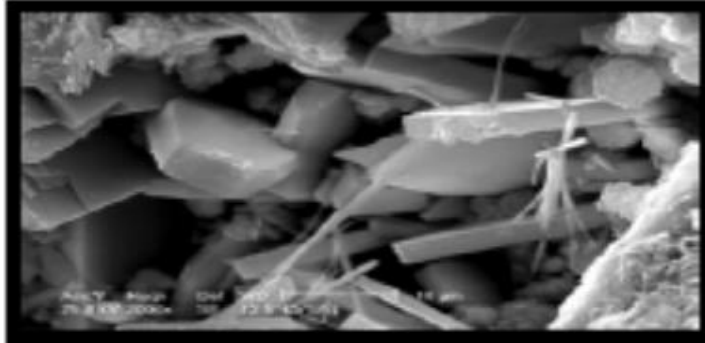
El número de los tetraedros en el anillo es 8. Este material pertenece a la familia de la heulandita, junto con la laumontita y la modernita, entre otras y es el tipo de zeolita más común de encontrar. La relación de Si/Al para la clinoptilolita está alrededor de 5. Algunas de las principales características fisicoquímicas:

- Buena fuerza mecánica.
- Fuerte afinidad por los iones metálicos pesados.
- Densidad de 2,16 mg/cm³.
- Capacidad de intercambio iónico de aproximadamente 2.16 mgeq/g.
- Poseen una estructura similar a una celda.

Las rocas características de la clinoptilolita contienen alrededor del 60-90% de clinoptilolita y el porcentaje restante está formado por feldespatos, arcillas y cuarzos¹⁷.

En la **Imagen 1**. se muestra la micrografía de barrido de una zeolita natural tipo clinoptilolita donde se aprecia la morfología típica de la zeolita.

Imagen 1. Morfología Típica de la zeolita
Clinoptilolita



Fuente: Núñez N., Yesenia E. Estudio de una zeolita natural del tipo clinoptilolita activada y no activada y su actividad en la deshidratación de alcoholes. 2009. p. 14

1.4.3 Propiedades de la Zeolita. Las propiedades físicas, químicas y capacidad como tamiz molecular están dadas principalmente por el tamaño de poro y por la naturaleza de este, puesto que en ellos es donde se encuentran mayormente los sitios activos de la zeolita.

Las zeolitas se caracterizan por tener las siguientes propiedades:

- Alto grado de hidratación.
- Baja densidad.
- Sirven como tamices moleculares.
- Intercambian iones
- Alta porosidad
- Capacidad de adsorción.

El proceso de intercambio iónico está determinado por la naturaleza y concentración en solución de las especies catiónicas, la temperatura, las especies aniónicas asociadas al catión en solución, el tipo de solvente y a las

¹⁷ CUCHIMAQUE, Carolina. Remoción de Hierro y Manganeseo en aguas naturales por adsorción – oxidación sobre zeolita natural tipo clinoptilolita. Trabajo de Grado Química. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial del Santander. Facultad de Ciencias. Departamento de Química. 2006. p. 6.

características estructurales de la zeolita. Según el tipo de zeolita, se puede obtener como resultado del intercambio, cambios en la selectividad y en la capacidad del intercambio iónico en la zeolita.

Las zeolitas de acuerdo a su grado de porosidad se clasifican como micro porosas debido a que su diámetro medio de poro es menor a 2 nm. En el **Cuadro 1.** se muestran las propiedades de las zeolitas naturales.

Cuadro 1. Propiedades de la Zeolita

Propiedad	Valor
Diámetro de poro	2 a 12 Å
Diámetro de cavidades	6 a 12 Å
Superficie interna	500-100 m ² /g
Capacidad de intercambio catiónico	0 a 650 meq/100g
Capacidad de adsorción	<0,35 cm ³ /g
Estabilidad térmica	Desde 200°C hasta más de 1000 °C

Fuente: Núñez N., Yesenia E. Estudio de una zeolita natural del tipo clinoptilolita activada y no activada y su actividad en la deshidratación de alcoholes. 2009. p. 6.

1.5 ADSORCIÓN

Existen numerosas técnicas para purificar aguas con la finalidad de sean lo menor contaminables posibles al medio ambiente. La adsorción es una técnica que se usa para este fin. Se utilizan como agentes adsorbentes materiales como el carbón activado o la zeolita. Debido a los altos costos de operación de otras técnicas se estudian día a día nuevas metodologías que generan bajo costo de operación y fácil aplicación.

Se habla de adsorción porque el contaminante es adsorbido sobre la superficie interna de un granulo del material adsorbente, en este caso la zeolita. De esta forma, se eliminan sustancias solubles del agua las cuales se unen a la superficie del sólido mediante fuerzas electrostáticas o de Van Der Walls.¹⁸

Dentro de los adsorbentes microporosos están contempladas las zeolitas. Estos materiales presentan diversas aplicaciones en la industria, principalmente como

¹⁸ GARCÍA, Norma. Análisis de la adsorción como método de pulimiento en el tratameinto de aguas residuales. Quivera [en línea] 2012, 14 (Enero-Junio) : [Citado el 05 de mayo de 2016] Disponible en:< <http://goo.gl/R8jLpJ>>

adsorbentes muy selectivos, intercambiadores iónicos y como catalizadores de un gran número de reacciones.

Existen dos tipos de adsorción: Quimisorción y fisisorción. La principal diferencia es que en la fisisorción la especie adsorbida conserva su naturaleza química mientras que en la quimisorción la especie adsorbida sufre una transformación química para dar lugar a una especie distinta.

La alta eficiencia de adsorción de las zeolitas está relacionada a la gran superficie interna que posee. Para un adsorbato la interacción con las paredes del poro es mayor cuanto menor es el tamaño del poro porque cuando este tamaño disminuye se produce un incremento significativo del potencial de adsorción.

1.6 PROCESO PRODUCTIVO DE FRAGANCIAS Y AROMAS PARA CONSUMO HUMANO Y ADITIVOS PARA NUTRICIÓN ANIMAL

En la empresa Lucta Grancolombiana S.A.S se realizan los procesos de fragancias y aromas para consumo humano y aditivos para nutrición animal. En cada una de las divisiones de la planta se utilizan una serie de fórmulas que contienen compuestos tanto orgánicos como inorgánicos, alrededor, la empresa maneja un inventario de 2500 materias primas en sus procesos.

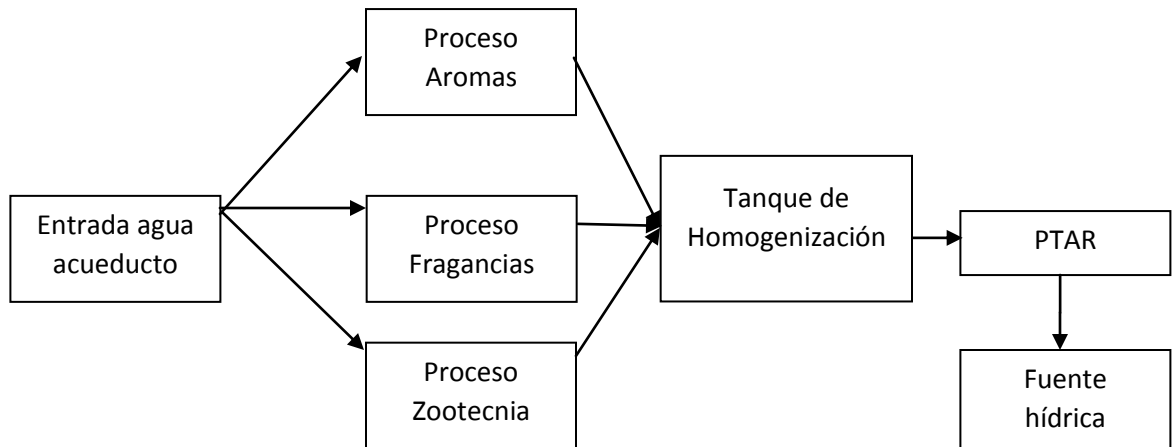
En la producción de aromas y fragancias se realizan mezclas de sustancias odoríferas, es decir la mezcla de aceites esenciales, resinoides, oleorresinas de extracción y sustancias aromáticas artificiales, para así obtener en el caso de aromas productos para cárnicos, snacks, lácteos, licores y confitería, dando como resultado aromas dulces o salados; y en el caso de fragancias productos para aseo personal y de hogar (legías, jabones, velas, aromatizantes y champú).

En la producción de aditivos para nutrición animal las mezclas realizadas dependen del producto, es decir puede variar la composición de las formulas en compuestos orgánicos e inorgánicos, esta línea de producción es llamada procesos para zootecnia.

Además una vez finalizado cada producto los tanques de mezclado deben ser lavados para así garantizar que en el siguiente lote de producción no existirán residuos del producto anterior.

Se muestra en el **Diagrama 1**. el proceso en donde está involucrada el agua.

Diagrama 1. Procesos de la empresa Lucta Grancolombiana en donde interviene el agua.



1.7 NORMATIVIDAD COLOMBIANA.

En el **Cuadro 2.** se nombran algunas de las normas colombianas relacionadas con los parámetros y condiciones permitidas para realizar vertimientos de líquidos a afluentes o cuerpos de agua:

Cuadro 2. Normatividad Relacionada Con El Proyecto

RESOLUCIÓN 631 DEL 2015	Estableció los parámetros y los valores límites máximos permisibles que deberán cumplir quienes realizan vertimientos puntuales a los cuerpos de aguas superficiales y a los sistemas de alcantarillado público, se utilizó para establecer los parámetros del Pre tratamiento.
NTC-ISO 5667-1 DIRECTRICES PARA EL DISEÑO DE PROGRAMAS DE MUESTREO:	Estableció las directrices sobre muestreo de aguas residuales tanto domesticas como industriales, implanta el protocolo de muestreo para este tipo de aguas, además identifica la caracterización de calidad de agua para verificar el cumplimiento de las normas.

Cuadro 2. (Continuación)

NTC-ISO 5667-3 DIRECTRICES PARA LA CONSERVACIÓN Y MANEJO DE LAS MUESTRAS	Estableció el protocolo de conservación, preservación y transporte de la muestra, en donde indica la preservación a la que se debe llevar la muestra para cada parámetro a analizar y la forma de transporte de cada una de estas.
NTC-ISO 3903 PROCEDIMIENTO PARA EL ENSAYO DE COAGULACIÓN-FLOCULACIÓN EN UN RECIPIENTE CON AGUA O MÉTODO DE JARRAS	Indicó el procedimiento que se debe llevar para obtener las dosis de coagulante y floculante en el proceso de clarificación de agua. A raíz de este proceso se establece la eficiencia de eliminar material coloide, sólidos en suspensión y aquellos factores contaminantes que perturban el agua como el olor, la turbidez y la dureza.

En este primer capítulo se presenta la información general recopilada de diferentes fuentes como investigaciones relacionadas con el tratamiento de aguas, adsorción en zeolitas, intercambio iónico, y remoción de metales en materiales porosos. Dicha información fue utilizada para desarrollar la metodología y para determinar técnicas, reactivos y materiales necesarios para la experimentación del proyecto. En el siguiente capítulo se hace la descripción de la recolección y toma de muestras del agua residual, con las cuales se realizó la caracterización del agua con el fin de establecer los parámetros que no estén cumpliendo la normatividad vigente acorde con la resolución 631 del 2015.

2. CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL EN PROCESOS DE PRODUCCIÓN DE FRAGANCIAS Y AROMAS PARA CONSUMO HUMANO Y ADITIVOS PARA NUTRICIÓN ANIMAL

En este capítulo se mostrará la metodología usada para la caracterización del agua residual industrial. La muestra es proporcionada por la empresa Lucta Grancolombiana ubicada en el municipio de Tocancipá, Cundinamarca. Lucta es la empresa piloto con la que la empresa PME (Ingeniería Petrolera Minero Energética) empieza a ofrecer sus servicios como prestador para su planta de tratamiento. Para PME es necesario identificar las características de este tipo de agua y así poder determinar el procedimiento adecuado para clarificar el agua y poder ser vertida.

Una vez identificados los contaminantes de esta agua, se analizó la metodología planteada con zeolita clinoptilolita para asegurar la eliminación del contaminante que se encontró en mayor proporción. Esta caracterización se realizó según el protocolo de muestreo mencionado anteriormente.

2.1 LOCALIZACIÓN DE MUESTREO

La toma de muestra de aguas residuales industriales se realizó en la empresa Lucta Grancolombiana S.A.S ubicada en el municipio de Tocancipá, Cundinamarca. Se realizó la toma de muestra en la entrada del tanque de homogenización señalado en la **Imagen 2**. ya que este punto conecta los equipos de la planta de producción con la entrada a la planta de tratamiento que ya está instalada.

Imagen 2. Geo localización del punto de recolección de muestra.



2.2 TOMA DE MUESTRA DE AGUAS RESIDUALES

La recolección de muestra debe ser significativa y homogénea. Teniendo en cuenta el protocolo de muestreo, se realizó un muestreo compuesto debido a que no perturba las condiciones que se debían ejecutar para la operación y se realizó de manera manual al no usar un equipo específico. Se recolectó en baldes para identificar las zonas de muestreo en un intervalo de tiempo de una hora para cada muestra, desde las 8 am a 2 pm. Al final del día de producción, las muestras recolectadas durante la jornada se mezclan para formar el muestreo compuesto.

El volumen recolectado fue de 20 L. Una vez recolectada la muestra se procede a envasarla en un envase de plástico como se muestra en la **Imagen 5**, con las preservaciones indicadas (Ver **Anexo A.**), debidamente marcada y sellada.

El transporte de la muestra se realizó en una nevera debidamente sellada, asegurando así que no se mueva durante el recorrido como se muestra en la **Imagen 3**, e **Imagen 4**. Igualmente, es añadido hielo para la refrigeración de la muestra y mantener la temperatura constante.

Imagen 3. Transporte de la muestra.



Imagen 4. Transporte de la muestra.



La muestra sigue el protocolo de identificación rotulando con localización, fecha y hora de toma de muestra, tipo de método de muestreo, equipo usado, recipiente en el que fue envasado, tipo de preservación y responsable de muestreo como se muestra en la **Figura 3.** y **Figura 4.**

Figura 3. Rotulado muestra agua sin preservar.

LOCALIZACIÓN: LUCTA GRANCOLOMBIANA, TOCANCIPÁ.
FECHA: 27/04/2016
HORA: 3:30 PM
TIPO MUESTREO: COMPUESTO
IDENTIFICACIÓN PUNTO DE MUESTREO: CANALES
TIPO DE MUESTRA: COMPUESTA
RECIPIENTE DE ENVASE: PLÁSTICO
TIPO DE PRESERVACIÓN: REFRIGERACIÓN
RESPONSABLE DE MUESTREO: PAULA RAMÍREZ

Figura 4. Rotulado muestra agua preservada.

LOCALIZACIÓN: LUCTA GRANCOLOMBIANA, TOCANCIPÁ.
FECHA: 27/04/2016
HORA: 3:30 PM
TIPO MUESTREO: COMPUESTO
IDENTIFICACIÓN PUNTO DE MUESTREO: CANALES
TIPO DE MUESTRA: COMPUESTA
RECIPIENTE DE ENVASE: PLÁSTICO
TIPO DE PRESERVACIÓN: ACIDO SULFÚRICO
RESPONSABLE DE MUESTREO: PAULA RAMÍREZ

Imagen 5. Identificación muestra residual.



2.3 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y QUÍMICAS

Los parámetros que se miden son el pH, temperatura, demanda química de oxígeno (DQO), sólidos suspendidos totales (SST), sustancias activas de azul de metileno (SAAM), hierro, grasas y aceites, turbidez, conductividad y caudal, estos parámetros fueron realizados según la metodología aplicada para los ensayos de laboratorio en aguas, descrito en el Standard Methods¹⁹. Los parámetros medidos *in situ* fueron la temperatura, pH y caudal. Además, se tuvieron todas las consideraciones de preservación para enviarlas al laboratorio CIAN LTDA en donde fueron medidos los parámetros. Los resultados se muestran en la **Tabla 1**.

Tabla 1. Características iniciales del agua residual industrial.

Parámetro	Unidades	Resultado
pH	Unidades de pH	3,00
Temperatura	°C	26,00
DQO	mg/L O ₂	9641
SST	mg/L	386
SAAM	mg/L	27,387
Hierro	mg Fe/L	3,32
Grasas y Aceites	mg/L	154,8
Turbidez	NTU	86,3
Conductividad	µS/cm	2152
Caudal Instantáneo	L/s	2,1

Los resultados se comparan con respecto a la Resolución 631 del 2015, capítulo VI “Parámetros fisicoquímicos y sus valores límites máximos permisibles en los vertimientos puntuales de aguas residuales no domesticas – ARnD a cuerpos de aguas superficiales”, sector actividades de elaboración de productos alimenticios y bebidas, artículo 12. Teniendo en cuenta que son dos procesos los que están involucrados se deben comparar con cada uno de ellos, como se muestra en la **Tabla 2**.

¹⁹ AWWA (AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION)., Standard Methods for Examination of Water and Wasterwater, 22th Ed.

Tabla 2. Comparativo de resultados caracterización con Resolución 631 del 2015

Parámetro	Unidades	Resultado	Fabricación de Sabores y Fragancias	Cumple Norma
Ph	Unidades de pH	3,00	6,00 a 9,00	NO
Temperatura	°C	18,00	15,00	NO
DQO	mg/L O ₂	9641	600,00	NO
SST	mg/L	386	70,00	NO
SAAM	mg/L	27,387	NA	NA
Hierro total	mg Fe/L	3,32	Sin Rango	NO
Grasas y Aceites	mg/L	154,8	20,00	NO
Turbidez	NTU	86,3	NA	NA
Conductividad	µS/cm	2152	NA	NA
Caudal	L/s	2,1	NA	NA

2.3.1 Análisis de resultados. se observa en los resultados la diferencia existente comparada con la Resolución 631 del 2015 en cuanto a DQO, sólidos suspendidos totales, grasas y aceites.

Para el caso de los sólidos suspendidos totales, la diferencia se debe a la presencia de material flotante que hay en dicha afluente, ya sea por la combinación del lavado de los tanques y las mezclas de las fórmulas de los productos. Cuantitativamente hablando, se tiene una diferencia con respecto a la norma de aproximadamente un 451% por encima de la Resolución con respecto a la elaboración y fabricación de sabores y fragancias.

El DQO permite medir la capacidad de la oxidación de la materia orgánica, siendo uno de los principales parámetros para determinar la calidad de las aguas. En lo que respecta a este parámetro, la diferencia encontrada es de un 1507% por encima con respecto a la Resolución que rige la industria de elaboración de Sabores y fragancias. Este valor puede ser dado debido a la cantidad de materias primas orgánicas usadas en los procesos de manufactura, indicando que existe una alta carga orgánica total presente en el agua.

El parámetro de hierro no está contemplado en la Resolución 631 del 2015 para el sector de sabores y fragancias, sin embargo se tomó como valor de referencia para comparar con el valor de hierro después del pre tratamiento. Este valor de hierro se puede deber a la composición de las materias primas como colorantes en donde es importante la presencia de este elemento químico. Adicionalmente, los productos empleados para el lavado de la maquinaria al igual que los residuos de agua del casino y los baños de la empresa junto a una posible corrosión de las secciones internas de las tuberías de acero, pueden aumentar significativamente la cantidad de hierro en el agua objeto de estudio.

Tanto el alto porcentaje de DQO como la presencia de este metal en el agua generan formaciones de manchas en los sistemas de distribución e interfieren en los procesos de tratamiento de agua.

El parámetro de aceites y grasas se encuentra un 674% por encima de la Resolución. En este punto se evidencia un sobrepaso de nivel respecto al que debería tener para ser dispuesto en el efluente. Su alto contenido en esta agua es debido a la cantidad de aceites esenciales y oleorresinas para la producción de aromas (alto contenido de ácidos grasos). Además, un gran porcentaje del gran total puede provenir también del casino y los baños.

La turbidez mide la transmitancia de luz en el agua e indica la calidad del agua en relación a la materia suspendida presente. Según el valor mostrado por la caracterización el agua contiene 86,3 NTU. Este valor da un referente que el material suspendido no puede ser arrojado directamente a afluentes hídricas, ya que generaría problemas ambientales por generación de lodos.

El pH inicial de la muestra en primera medida puede perturbar el sistema de tratamiento al momento de coagular y flocular, además de no estar dentro del rango permitido por la resolución que es de 6 a 9. La muestra se encuentra en 3, es decir, es un pH ácido que al ser arrojado a las afluentes hídricas puede generar una perturbación al ambiente. Adicionalmente el pH afecta la corrosión de las tuberías de acero por donde transita el agua por el contenido de oxígeno disuelto lo que corroerá este material y afectará directamente el agua tratada.

La conductividad a pesar de tener un valor de 2152 $\mu\text{S}/\text{cm}$, indica la capacidad del agua para transportar la corriente. Lo anterior quiere decir que contiene una concentración de iones y sales significativa disuelta en el agua. Mientras el agua posea mayor contenido de minerales, mayor será la conductividad por lo cual la corriente eléctrica fluirá con mucha mayor rapidez a través del líquido, haciendo que la corrosión se acelere.

Las sustancias activas de azul de metileno (SAAM) son aquellas que están presentes en los detergentes. Este parámetro es determinante para deducir la contaminación del agua debido a que los detergentes reducen la tensión

superficial del agua por su composición al unir una parte hidrófoba y otra hidrófila. Además, estas sustancias aportan una cantidad de nutrientes al agua causando daños en el equilibrio del ecosistema. Según el resultado obtenido en la caracterización de 27,387 mg/L, se observa una concentración de detergentes alta debido el lavado de la maquinaria usada en los procesos de la empresa.

2.4 ANÁLISIS DE CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL EN PROCESOS DE PRODUCCIÓN DE FRAGANCIAS Y AROMAS PARA CONSUMO HUMANO Y ADITIVOS PARA NUTRICIÓN ANIMAL

Teniendo en cuenta los resultados arrojados por la caracterización y el análisis de cada uno de los parámetros, se determina eliminar el hierro presente en el agua residual industrial como parte fundamental de este proyecto, los parámetros DQO, SST y turbidez se deben reducir en el proceso de clarificación. El parámetro de hierro no posee rango en la Resolución 631 del 2015 en la fabricación de sabores y fragancias, no obstante la presencia de este metal en agua con la concentración arrojada inicialmente perturba las características organolépticas de está, influyendo en una proporción considerable el sabor y el olor, además de la formación de manchas en la tubería de la planta de tratamiento. Estos factores son debidos a la presencia de bacterias de hierro que aunque no proporcionan problemas de salud, forman una acumulación que afecta los tanques y mezcladores usados en los procesos de la empresa y en el tanque de homogenización presente actualmente en la planta de tratamiento. Este problema genera taponamientos en la tubería que restringen el flujo de agua y reduce la presión de la misma, lo que genera una mayor presión de bombeo que se traduce en un mayor requerimiento de energía.

En lo que respecta a la metodología de filtrado con zeolita, esta presenta un grado de selectividad relevante con respecto al hierro, por lo que se permite elegir la utilización de la zeolita clinoptilolita para remover este metal.

De esta manera se da cumplimiento al primer objetivo planteado por este proyecto, caracterizando el agua residual industrial proporcionada por Lucta, dando así una visión del estado del agua a PME.

3. TRATAMIENTO PREVIO AL AGUA

Para este capítulo se debe tener en cuenta el coagulante y floculante que según el tipo de agua estudiada generara como resultado la remoción de la mayor cantidad de material coloidal existente. Este proceso se llama clarificación del agua y consiste en disminuir la turbidez en su mayor proporción por medio de los procesos químicos anteriormente mencionados. De esta forma, se espera retirar en su mayoría los sólidos suspendidos a partir de la creación de partículas grandes que se remueven con facilidad con métodos físicos como mallas. Experimentalmente, este estudio se hace empleando la metodología del test de jarras, la cual encontrara la cantidad optima de coagulante y floculante que retenga la mayor cantidad de material coloidal. Estos resultados pueden utilizarse directamente en el escalamiento industrial de una planta de tratamiento partiendo de la dosificación encontrada de coagulante y floculante.

3.1 AJUSTE DE PH EN MUESTRA

El pH es un factor importante para la desestabilización, donde se buscan valores neutros antes de adicionar el coagulante evitando así efectos adversos en el proceso.

El ajuste de pH inicia en un nivel ácido (3) y debe ser llevado a pH neutro (7), para esto es usado la soda cáustica, que por sus características alcalinas permiten neutralizar los ácidos que en el agua se presenten y la muestra de agua pueda ser coagulada y floculada, permitiendo una remoción de sólidos suspendidos totales y disminución de DQO más factible.

3.2 COAGULANTE

Durante el pre tratamiento se realiza la coagulación para desestabilizar los contaminantes y mejorar su remoción. En este caso se usan los coagulantes polimerizados que permiten un mejor desempeño en el proceso de coagulación, removiendo en mayor cantidad la materia orgánica y las partículas en suspensión.

El coagulante escogido es policloruro de aluminio o PAC, el cual contiene diferentes fases sólidas en las reacciones hidroeléctricas lo que hace que los flóculos de este compuesto sean más pequeños. Este tipo de reacción se da por etapas donde primero se forman los dímeros, luego los polihidroxiilos complejos junto a compuestos de gran tamaño y por último se forman las partículas y agregados de la forma del PAC.²⁰ Este producto fue suministrado por la empresa Comercial FOX como muestra, la ficha técnica se encuentra en el **Anexo B**.

²⁰ COGOLLO, Op. cit, p. 21.

Las ventajas del PAC son la fácil rapidez que tiene para formar flóculos en un tiempo corto que es de aproximadamente 1 segundo, presentan un efecto de coagulación a temperaturas bajas de aproximadamente 15 a 18°C que beneficia la operación, deja una menor cantidad de residuos de aluminio y mejora la remoción de turbidez y color. También reduce los lodos en un 75% y elimina o simplifica los reguladores de pH.²¹

La elección de este coagulante no es arbitraria, debido a que su desempeño para retirar material orgánico y sólidos en suspensión tiende a ser favorable y sumado a que el agua a tratar contiene una cantidad de DQO en 1507% por encima de la norma y en sólidos en suspensión en 93% por encima de la norma, se reducirá al máximo estos dos parámetros, asegurando una mejor calidad en la siguiente fase del tratamiento.

La dosificación requerida de coagulante para una efectiva remoción depende de la concentración del contaminante. Los contaminantes disueltos son removidos por adsorción del sólido precipitado y los contaminantes particulados son removidos por atrapamiento dentro de una masa de sólido precipitado.²²

El grado de agitación que se da en la masa de agua durante la adición del coagulante, determina si la coagulación es completa o no. Turbulencias desiguales hacen que cierta porción de agua tenga mayor concentración de coagulantes y la otra parte tenga poco o casi nada. La agitación debe ser uniforme e intensa en toda la masa del agua para asegurar que la mezcla entre el agua y el coagulante quede bien hecha y se garantice la neutralización de cargas correspondientes.²³

Las sales de aluminio forman varias especies solubles como Al^{+3} , $Al(OH)^{+2}$ las cuales se adsorben sobre la superficie de las partículas coloidales o forman complejos sobre la superficie para producir la desestabilización.

3.1.1 Dosis del coagulante. la dosis de coagulante se calcula experimentalmente debido a que todas las aguas no son iguales. La cantidad de coagulante es directamente proporcional a la eficiencia de la coagulación y se debe tener en cuenta que sí se le agrega poca cantidad no se neutralizarán las cargas de las partículas. Por lo tanto, la turbiedad residual será alta y si se agrega demasiada cantidad de coagulante se puede producir la inversión de la carga de las partículas, formando gran cantidad de microflóculos que harán que la turbiedad residual también sea alta. Por esta razón, se realiza el test o prueba de jarras para determinar las cantidades óptimas de aplicación.

²¹ AWT S.A, Policloruro de Aluminio PAC, Ficha Técnica. Quito, Ecuador. p. 1.

²² GÓMEZ P, Nestor. Remoción de materia orgánica por coagulación-floculación. Trabajo de Grado Ingeniería Química. Manizalez. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingeniería. Departamento de Ingeniería Química. 2005. p. 32.

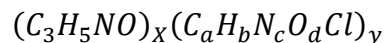
²³ Ibid.. p. 33.

Dilución de coagulante: Para realizar la dilución, se toman 6 g de PAC solido diluido en 1000 mL de agua caliente para asegurar su dilución y de esta manera conseguir una concentración de 0,6% m/v para el ensayo de jarras. Esto teniendo en cuenta la viscosidad y temperatura del policloruro de aluminio para su manejo.

3.2 FLOCULANTE

La floculación es el proceso que le sigue a la coagulación y es complementaria de esta. Consiste en la agitación de la masa coagulada la cual permite el crecimiento y aglomeración de flóculos recién formados con el propósito de aumentar el tamaño y peso con la finalidad de sedimentar con facilidad. En este caso se empleó un floculante polimérico catiónico, específicamente la poliacrilamida catiónica. Por su carga iónica y peso molecular es más eficiente. A continuación se muestra la formula química.

Fórmula 3. Fórmula química de la poliacrilamida catiónica.



Donde a, b, c y d son variables que dependen del monómero catiónico.

Las ventajas de la poliacrilamida son sus bajas dosificaciones durante el proceso ya que no requieren concentraciones mayores al 1,00% por su viscosidad, la velocidad de sedimentación no supera los 30 minutos, la remoción de sólidos presenta una eficiencia satisfactoria eliminándolos en un 80% y puede manejarse en un rango de pH amplio sin modificarse²⁴. La ficha técnica se encuentra en el **Anexo C**.

Se escoge este floculante para mejorar y complementar la función del coagulante PAC, retirando una gran cantidad de sólidos en suspensión y material orgánico que aseguran de esta forma una mejor calidad en la siguiente fase del tratamiento.

La floculación tiene tres objetivos en el tratamiento de aguas: agrupar los coloides desestabilizados para formar grupos de partículas o flóculos con peso específico superior al agua, compactar los flóculos para disminuir su grado de de hidratación y conseguir características adecuadas tales como mayor peso y buena consistencia para su fácil remoción.²⁵ Los criterios más importantes en esta etapa son la velocidad de la mezcla y el tiempo de agitación.

- Dilución de floculante: Para realizar la dilución, se toman 6 g de poliacrilamida catiónica solida diluida en 1000 mL de agua caliente para asegurar su dilución y de esta manera conseguir una concentración de 0,6% m/v. Esto teniendo en

²⁴ KEMIRA., Op., cit., p. 1..

²⁵ GÓMEZ , Op., cit., p. 43.

cuenta la viscosidad y temperatura de manejo de la poliacrilamida, como se muestra en la **Tabla 3** si aumenta demasiado su concentración su fluidez no será la apropiada.

Tabla 3. Variación de viscosidad según concentración a temperatura de 25°C.

Concentración (m/v)	Viscosidad (cps)
0,10%	80
0,25%	200
0,50%	400
1,00%	800

Fuente: KEMIRA, Información técnica Superfloc serie A-1800 PAMs anicónicas en emulsión, México.

3.3 TEST DE JARRAS

El método de test de jarras se realiza en el laboratorio de PME ingeniería S.A.S con el floculador F&Q F4-300 (Ver **Imagen 6** e **Imagen 7**), la ficha técnica del equipo se encuentra en el **Anexo E**. Este método consiste en simular el proceso a nivel laboratorio para establecer el procedimiento de tratamiento de aguas que reduce el material disuelto, en suspensión, coloidal y no sedimentable del agua por medio de los procesos de coagulación-floculación química. Este procedimiento se usa para determinar las variables físicas y químicas como el pH, tiempos de mezcla rápida y lenta, eficiencia de remoción, color, turbidez, dureza, etc.

El método se realiza para encontrar los coagulantes y floculantes en sus dosificaciones correctas además para reducir los parámetros antes ya mencionados puesto que los flóculos formados con diferentes cantidades de coagulante dan como resultado diferentes turbiedades, una vez establecidos estas características se logra obtener los resultados óptimos. El procedimiento a seguir se muestra en el **Diagrama 2** y las dosificaciones de coagulante- floculante en la **Tabla 4**.

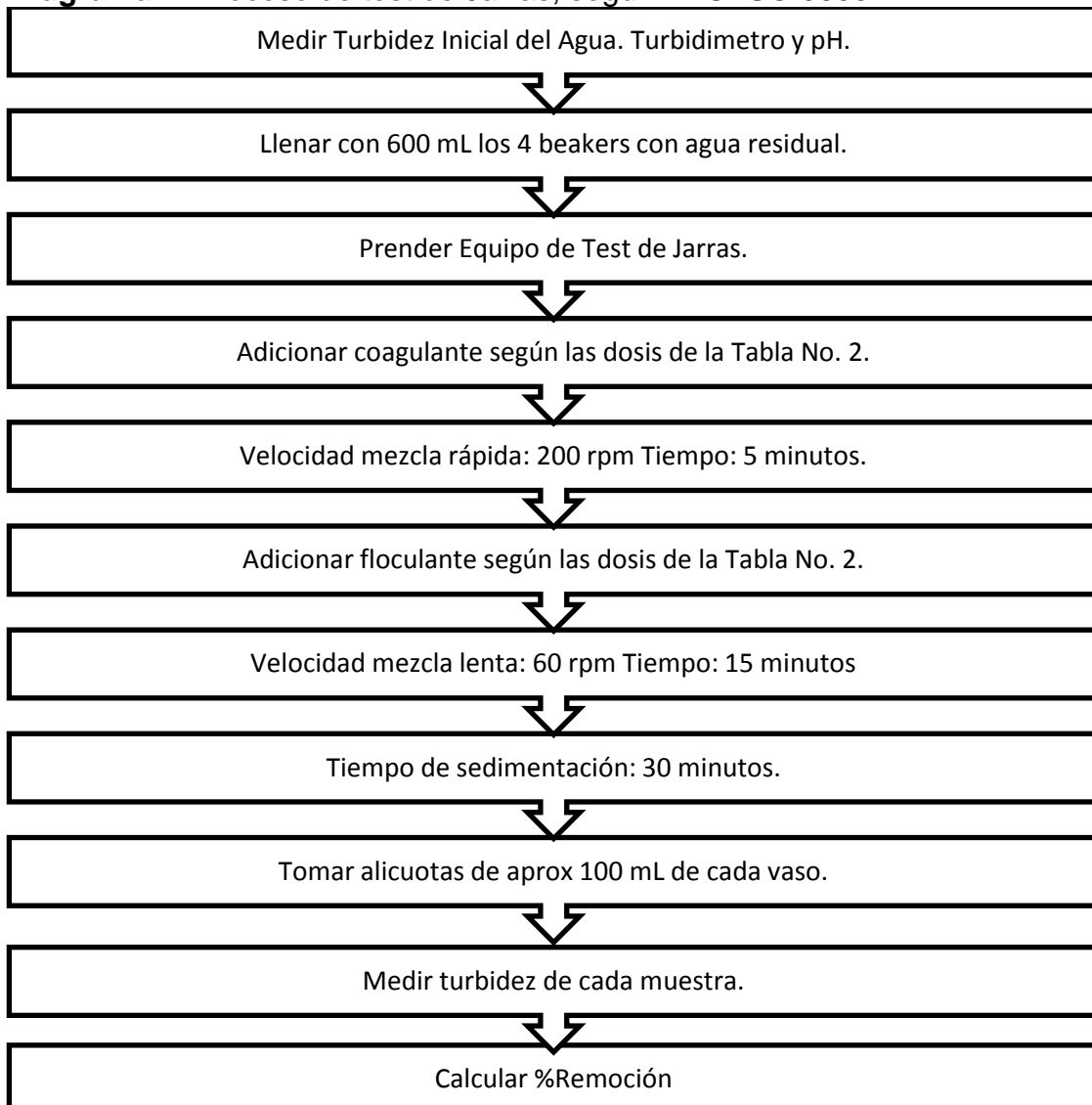
Imagen 6. Equipo de test de Jarras.



Imagen 7. Referencia floculador.



Diagrama 2. Proceso de test de Jarras, según NTC-ISO 3903



3.3.1 Determinación de cantidades de coagulante y floculante. en la determinación de cantidad de coagulante y floculante, se empleó un diseño de bloques completamente al azar el cual consiste en elegir de manera aleatoria la dosificación de coagulante y floculante para inicializar iterativamente los cálculos de las dosificaciones adecuadas. De esta manera, se puede observar una correlación de los experimentos verificando si son homogéneos y representativos.

La variable respuesta que se busca en este experimento es la turbidez, que está directamente relacionada con la dosis óptima de coagulante y floculante que reduce en mayor cantidad la turbidez.

En la **Tabla 4** se muestran las cantidades de coagulantes y floculantes usados para cada jarra, tomando concentraciones variadas en partes por millón de las disoluciones de coagulante y floculante.

La disolución tanto de coagulante como floculante se encuentra a una concentración del 0,6% m(gr)/ v(ml), es decir, 6000 ppm. De esta manera se obtienen las dosis para el ensayo del test de jarras.

Tabla 4. Dosificaciones de Coagulante y Floculante

Corrida jarra	Coagulante PAC (ppm)	Floculante Poliacrilamida Catiónica (ppm)
1	1200	100
2	600	300
3	300	600
4	100	1200

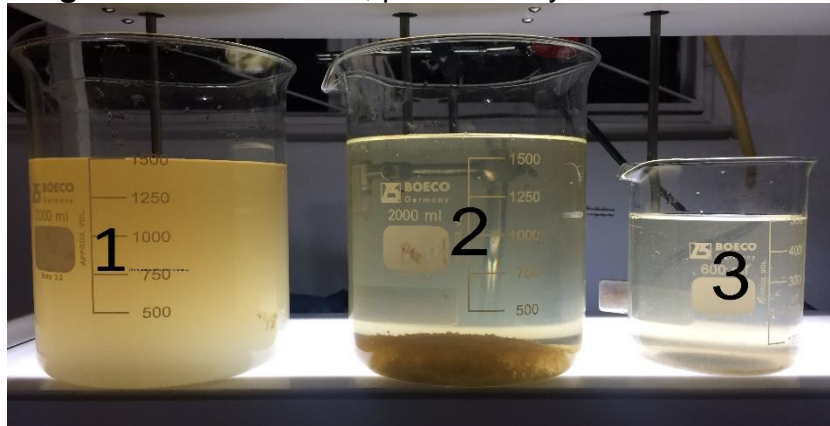
3.3.2 Resultados de Test de Jarras. una vez realizado el test de jarras se procede a coagular y flocular el excedente de agua de muestra (8 L) para así continuar con la siguiente fase de la experimentación. Los resultados de turbidez del proceso de coagulación y floculación se muestran en la **Tabla 5**.

Tabla 5. Resultados método test de jarras.

Corrida jarra	Coagulante (ppm)	Floculante (ppm)	Turbidez (NTU) Final	Turbidez (NTU) Inicial	Porcentaje de remoción de Turbidez.	Concentración Fe (mg Fe/L)
1	1200	100	32,6	86,3	62,2%	0,937
2	600	300	24,7		71,4%	0,813
3	300	600	15,4		82,1%	0,622
4	100	1200	20,6		76,1%	0,705

En la **Tabla 5** se observa las cuatro corridas y su correspondiente turbidez en cada una de ellas, determinando que la mejor corrida fue la tercera por el porcentaje de turbidez removido, la apariencia que presenta y la cantidad de hierro que presenta. En la **Imagen 8** se muestra el agua residual industrial (1), la muestra coagulada, floculada y sedimentada (2) y por último la muestra filtrada.

Imagen 8. Muestra inicial, pre-tratada y filtrada.



Se realiza la comparación de la turbidez inicial de 86,3 NTU con respecto a la final de cada muestra, teniendo en cuenta las dosificaciones de coagulación y floculación para cada jarra. Para el caso del porcentaje de remoción, se utiliza la siguiente ecuación.

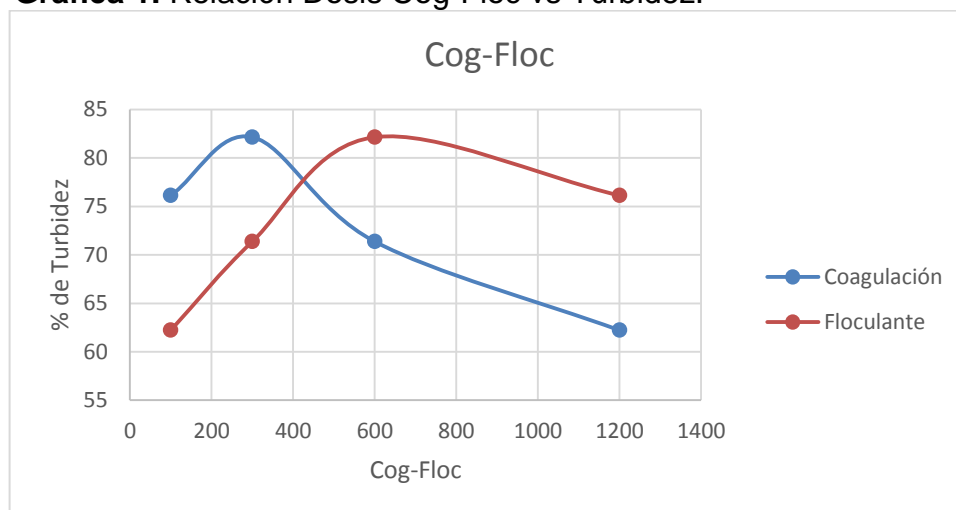
Ecuación 1. Porcentaje de remoción de turbidez.

$$\%Remoción = \frac{T_i - T_f}{T_i} * 100$$

Donde T_i es turbidez inicial y T_f es turbidez final.

En la siguiente gráfica se muestra la relación existente entre las cantidades de coagulante y floculante versus la turbidez.

Gráfica 1. Relación Dosis Cog-Floc vs Turbidez.



De esta manera se observó que las mejores dosificaciones son las de 300 ppm y 600 ppm del coagulante y floculante respectivamente, como se observa en la gráfica los puntos más altos en concentración son estos, es decir, donde existió mayor remoción de sólidos suspendidos disueltos, el porcentaje de remoción de turbidez es de 82,1%.

3.4 CARACTERIZACIÓN AGUA PRE-TRATADA

Se analiza la muestra pre-tratada para determinar los cambios que surgen de la coagulación y floculación, los parámetros medidos son el pH, temperatura, demanda química de oxígeno (DQO), sólidos suspendidos totales (SST), hierro y turbidez, estos parámetros fueron realizados según la metodología aplicada para los ensayos de laboratorio en aguas, descrito en el Standard Methods²⁶ para así asegurar los resultados de dicha experimentación, además se tuvieron todas las consideraciones de preservación para enviarlas al laboratorio CIAN LTDA. Los resultados de dicho análisis se muestran en la **Tabla 6**.

Tabla 6. Resultados caracterización agua pre-tratada.

Parámetro	Unidades	Resultado
Ph	Unidades de pH	7
Temperatura	°C	15
DQO	mg/L O ₂	330
SST	mg/L	195
Hierro	mg Fe/L	0,622
Turbidez	NTU	15,4

²⁶ AWWA (AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION). Op., cit., p., 30-48.

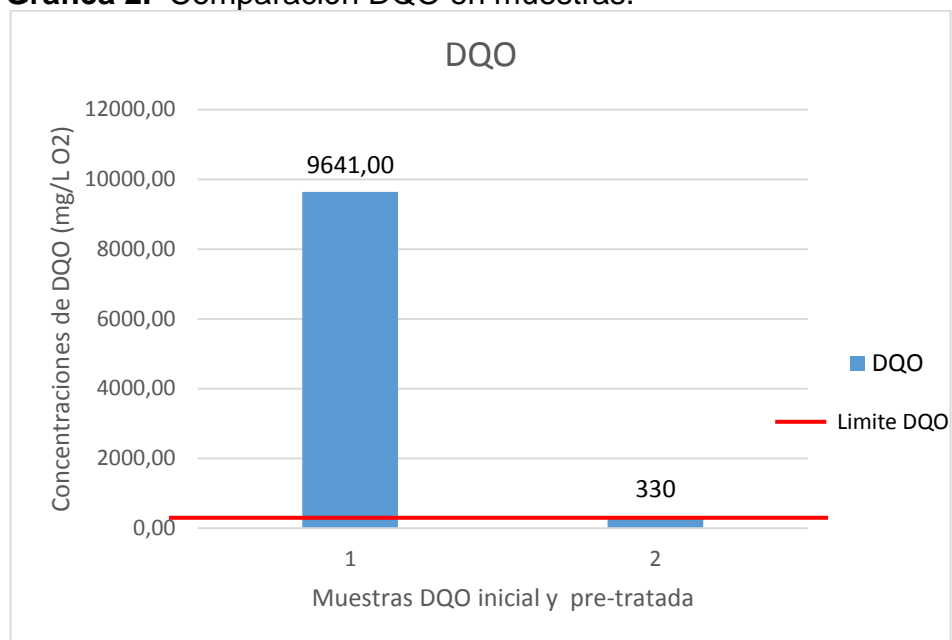
3.4.1 Análisis de resultados. teniendo en cuenta que los parámetros deben ser comparados con la resolución 631 del 2015 las comparaciones se muestran en la **Tabla 7**. Por practicidad, se realiza la comparación solo con la elaboración de productos alimenticios para así dar cumplimiento a la norma en este ítem.

Tabla 7. Comparación resultados con la norma.

Parámetro	Unidades	Resultado	Fabricación de sabores y fragancias	Cumple
pH	Unidades de pH	7	6,00 a 9,00	SI
Temperatura	°C	15	15,00	SI
DQO	mg/L O ₂	330	600,00	SI
SST	mg/L	195	200,00	SI
Hierro	mg Fe/L	0,622	NA	NA
Turbidez	NTU	15,5	NA.	NA

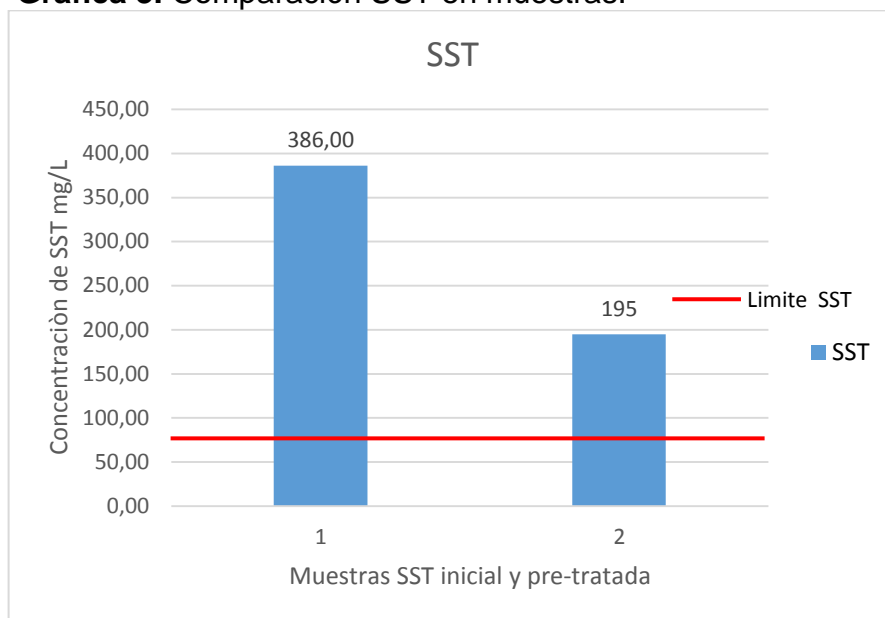
En la **Gráfica 2** se muestra la diferencia en porcentajes de cantidad de DQO existentes antes del pre-tratamiento y después de este. Antes del pre-tratamiento se tenía un exceso del 1507% con respecto a la Resolución, luego de realizar el proceso de clarificación se observa que la demanda química de oxígeno se reduce en un porcentaje de 45% con respecto a la resolución, es decir, el coagulante y floculante escogidos fueron satisfactorios para reducir el material coloidal suspendido, el porcentaje reducido entre la primera muestra y la segunda es de 96,6%, es decir, se redujo en 9341 mg/L O₂.

Gráfica 2. Comparación DQO en muestras.



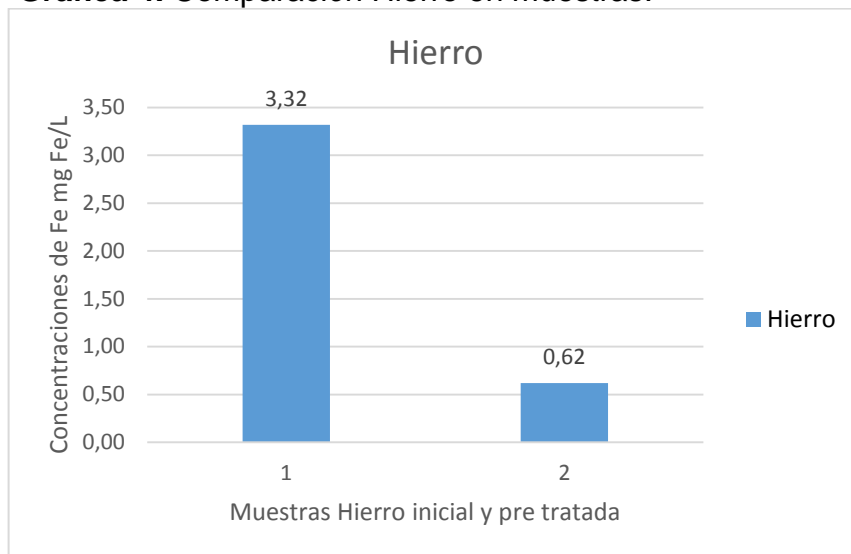
Para los sólidos suspendidos totales se observa en la **Gráfica 3** se muestra el porcentaje reducido entre la primera muestra y la segunda en un 173%, es decir una reducción de 191 mg/L. Antes del pre-tratamiento se tenía un exceso del 451% con respecto a la Resolución, luego de realizar el proceso de clarificación se observa que los sólidos en suspensión sigue por encima en un porcentaje de 178% con respecto a la Resolución. Se observa que una vez retirado este porcentaje de sólidos en suspensión la calidad del agua mejora pero aun no cumple con la Resolución. El porcentaje reducido entre la primera muestra y la segunda es del 49,5%.

Gráfica 3. Comparación SST en muestras.



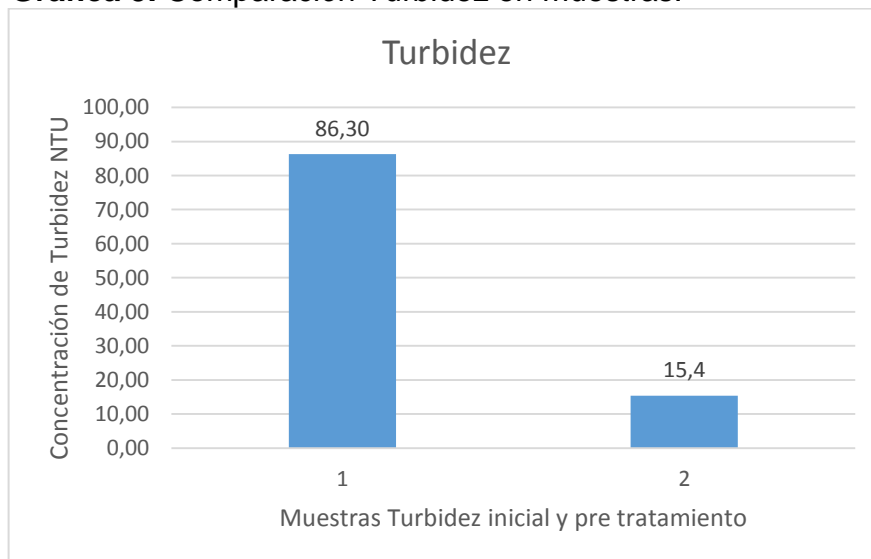
El hierro como se observa en la **Gráfica 4** se redujo entre la primera muestra y la segunda un porcentaje del 81,7%, es decir, se redujo 2,69 mg Fe/ L. La Resolución 631 del 2015 no posee rango para el hierro, sin embargo la finalidad de este proyecto es evaluar la remoción de hierro con la zeolita Clinoptilolita, por ende el valor del hierro en el pre tratamiento será el valor inicial de este en el tratamiento con zeolita.

Gráfica 4. Comparación Hierro en muestras.



La turbidez como se observa en la **Gráfica 5** se redujo en un 82,1% entre la primera muestra y la segunda, es decir 70,9 NTU, este parámetro tampoco se encuentra contemplada en la Resolución 631 del 2015 para la fabricación de sabores y fragancias, este valor de turbidez afecta la eficiencia de la desinfección del agua.

Gráfica 5. Comparación Turbidez en muestras.



3.5 ANÁLISIS DE PRE-TRATAMIENTO DE MUESTRA

Teniendo en cuenta los resultados arrojados por el test de jarras, eliminando en un porcentaje de 96,6% y 173% de DQO y SST respectivamente, se identificó que la dosificación correcta es la obtenida en la corrida número tres de esta prueba, donde la concentración de coagulante es de 300 ppm y floculante 600 ppm. Aunque el resultado de los dos parámetros anteriormente nombrados, para DQO fue satisfactorio dando cumplimiento a la resolución 631 del 2015 y rechazado para SST en donde no cumple satisfactoriamente la Resolución. Los parámetros de turbidez y el hierro no se encuentran contemplados en la Resolución 631 del 2015 por lo tanto la siguiente fase del experimento es la evaluación de la remoción del hierro por medio de la zeolita clinoptilolita.

De esta manera se da cumplimiento al segundo objetivo planteado por este proyecto, pre tratando el agua residual industrial proporcionada por Lucta para dar así una visión de la siguiente fase del tratamiento del agua a PME.

4 . REMOCIÓN DE HIERRO POR MEDIO DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA

En este capítulo se realiza el montaje experimental de la zeolita natural y activada para remover hierro en aguas residuales que previamente han sido tratadas con la finalidad de no saturar la zeolita. Se tienen en cuenta las características de la zeolita y la capacidad de adsorción del hierro para determinar las condiciones experimentales adecuadas. Una vez terminado este análisis experimental, se analiza la cantidad de remoción de hierro y se realiza la isoterma de adsorción de hierro en la zeolita clinoptilolita natural y activada.

4.1 HIERRO

El hierro es uno de los metales con mayor proporción presente en la corteza terrestre. Este metal se encuentra en el agua debido a que se combina con el suelo o las piedras en su recorrido haciendo que se disuelva en ella. La presencia de este metal puede deberse a la corrosión o lixiviación de tubos por donde transita el agua. Algunos de los problemas que trae la existencia de este metal en el agua es el sabor, la formación de manchas en el sistema de alcantarillado, la creación de interferencias en el proceso de tratamiento de agua y la formación de bacterias de hierro como *las Sphaerotilus* consideradas oxidantes del hierro, las cuales se alimentan de los minerales que hay en el agua, no causan problemas de salud pero produce un limo que afecta los tanques y mezcladores usados tanto en áreas productivas como en áreas específicas de la planta de tratamiento de la empresa. El hierro en presencia del agua frecuentemente se encuentra ligado con otros compuestos tales como sales, sulfatos o hidroxilos además de estar unidos a material orgánico.²⁷

4.2 TÉCNICAS USADAS PARA REMOCIÓN DE HIERRO EN AGUA

Dependiendo de la concentración de hierro en las aguas se pueden realizar diferentes métodos de eliminación, el tratamiento adecuado sólo puede ser determinado experimentalmente ya que todas las aguas son diferentes. A continuación se mencionan las técnicas más comunes de remoción:

- Tratamiento de fosfato. este tratamiento se utilizaba en casos de bajas concentraciones de hierro disueltos hasta 3 mg/L, el fosfato previene que los metales se oxiden, estos tratamientos son relativamente baratos, pero existían desventajas al usar este método, los compuestos de fosfato no son estables en temperaturas altas lo que significa que si en algún momento se aumentaba la temperatura del agua, el hierro se liberaba y reaccionaba con el oxígeno formando precipitaciones, otra desventaja es que causaba dureza en el agua y ayudaba a la formación de algas.

²⁷ CUCHIMAQUE. Op. cit, p. 2.

- Aireación/ Filtración. se utiliza cuando hay concentraciones altas de hierro, es decir en concentraciones por encima de 25 mg/L para disminuir los costos de reactivos. Este procedimiento consiste en que el aire es mezclado con una corriente de agua la cual pasa y oxida las partículas de hierro. El agua saturada de aire entra después en un recipiente precipitador/aireador, donde el aire se separa del agua. “Después el agua fluye por un filtro de varios medios filtrantes que filtran las partículas de hierro oxidadas, y algunos carbonatos o sulfatos. La aireación no es recomendada para agua que contiene bacterias de hierro debido a que pueden tapar el aspirador y el filtro.”²⁸
- Oxidación Química- Filtración. este tratamiento es indicado cuando hay concentraciones de hasta 25 mg/L de hierro, es de gran ayuda cuando el hierro se encuentra combinado con materia orgánica o cuando existen bacterias de hierro presentes. El agua es tratada con un oxidante químico como cloro, permanganato de potasio o peróxido de hidrógeno mediante una bomba dosificadora, estos químicos deben estar en el agua por lo menos 20 minutos para que ocurra la oxidación, luego el agua es filtrada a través de un filtro de arena para remover las partículas precipitadas. Algunas veces se requiere un ajuste de pH para que el cloro que es el oxidante más efectivo realice la oxidación, el pH ideal es de 6,5 a 7,5.²⁹
- Filtros Oxidantes. se utiliza para concentraciones moderadas de Hierro (15 mg/L). El filtro puede ser de zeolita natural recubierta con óxido de manganeso, la cual adsorbe el hierro disuelto.

4.3 ACONDICIONAMIENTO DE LA ZEOLITA CLINOPTILOLITA

Se realizaron ensayos con zeolita natural virgen y con zeolita natural activada con óxido de Manganeso. Hay que recordar que el agua fue previamente tratada para reducir la carga orgánica y así lograr una mayor remoción del hierro.

4.3.1 Zeolita Natural. el tipo de zeolita empleada en el proyecto es la zeolita de tipo clinoptilolita con una granulometría de aproximadamente 1.41 mm, densidad de 1.31 g/cm³, de color grisáceo, cuyos componentes se encuentran indicados en la ficha técnica de la zeolita que se encuentra en el **Anexo D**. La **Imagen 9** muestra la textura de la zeolita natural.

²⁸ MCFARLAND, Marck L. “ Problemas del agua potable : El hierro y el manganeso.” Disponible en: < <http://goo.gl/1fGAI9> >

²⁹ DIAZ D, Carlos. Agua potable para comunidades rurales, reuso y tratamientos avanzados de aguas residuales domésticas, Ripda, 2003. p. 38.

Imagen 9. Zeolita natural Clinoptilolita



4.3.2 Zeolita Pre tratada. la zeolita se puede utilizar en los procesos en estado virgen o en estado activado. La forma activada genera mejores resultados de remoción y de intercambio iónico. Dependiendo de la sustancia que se desee remover se activa la zeolita con un reactivo determinado. Las zeolitas naturales se pueden activar en reactores químicos en condiciones controladas de temperatura, presión y tiempo de residencia. Igualmente, la zeolita se puede activar con reactivos químicos. Las zeolitas naturales de tipo ácido se activan con cloruro de sodio y en las de tipo básico se pueden activar con sosa cáustica. Las condiciones de operación son diferentes para cada caso de acuerdo al reactivo necesario y al grado de complejidad, los cuales pueden elevar los costos de proceso.

- Preparación o acondicionamiento de la zeolita. en este caso específico de estudio se plantea un tratamiento con óxido de manganeso por su excelente comportamiento en la adsorción de metales en agua. La habilidad de los óxidos de manganeso para adsorber cationes es elevada, cuando la oxidación del Mn (II) ocurre existe la posibilidad de que otros metales sean removidos por adsorción a las superficies frescas recién formadas.³⁰

La alternativa utilizada para realizar la formación de la película de MnO es por vía artificial, es decir, no partir directamente de la forma oxidada. En lugar de esto se usa una sal que proporcione el Mn disuelto, se encuentra de manera más fácil y económica en la forma de $MnSO_4$, esta sal se retiene en la superficie de la zeolita por intercambio iónico.

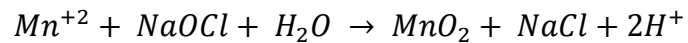
Para activar la zeolita se realizó un proceso el cual consistió en dos pasos:

³⁰ HUERTA D, Miguel Angel. Oxihidroxidos de hierro y manganeso. Geoquímica de Sedimentos. Instituto de Investigaciones Oceanológicas. Disponible en: <http://goo.gl/hv1HVL> [con acceso el 05 de mayo del 2016].

- El primer paso consiste en una filtración por la zeolita con una solución de $MnSO_4$ (1000 ppm). (Ver **Anexo G**).
- El segundo paso es la oxidación del Manganese retenido con Hipoclorito de Sodio comercial (1500 ppm) formándose finalmente la película de Óxido de Manganese sobre el grano del material.

La oxidación procede según la reacción química:

Fórmula 4. Reacción química de oxidación.



Este mismo procedimiento de oxidación ha mostrado buenos resultados de remoción de hierro con el reactivo permanganato de potasio.³¹

En la **Imagen 10** se muestra la zeolita activada con óxido de Manganese por vía artificial.

Imagen 10. Zeolita natural Activada.



4.4 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

El diseño de experimentos se realiza con el fin de determinar el efecto y la influencia de los factores o variables seleccionados en el proceso de remoción de hierro en aguas residuales industriales.

4.4.1 Selección de diseños factoriales. los parámetros que hacen parte de la experimentación son aquellos que pueden intervenir en el proceso de remoción, alterando la variable de respuesta deseada. Estos factores son las caídas de presión en la columna, caudal, pH y temperatura del agua, tipo de zeolita (natural y activada), tamaño de grano de zeolita, diámetro de filtro, tiempo de retención,

³¹ CUCHIMAQUE. Op. cit, p. 10.

altura de capa de zeolita y por último la variable respuesta concentración de hierro. Teniendo en cuenta la cantidad de factores en el proceso se selecciona el método de superficie respuesta el cual consiste en el efecto sobre un resultado experimental que se produce al combinar las variables, este resultado experimental puede ser previsto por los resultados obtenidos en los experimentos realizados con las variables en sus valores extremos, a las variables de interés se escogen los valores mínimos y máximos para así determinar los resultados experimentales que generaran un modelo matemático.³²

El modelo seleccionado es un diseño factorial de 2^k , en donde k representa el número de variables a estudiar, para el caso de estudio el número de variables es de 10, es decir un total de 1024 experimentos, a los cuales se les realizan 3 repeticiones para asegurar los resultados, para un total de 3072 experimentos. Por la disponibilidad de material zeolítico y por los costos implicados, no es posible tal número de experimentos por ende se despreciaron los factores que menor efecto tengan en el proceso.

- Caída de presión: cuando se tiene una velocidad de flujo bajo las partículas se mantienen inmóviles, al controlar esta variable a través del caudal, el proceso no producirá una caída de presión significativa ya que en algún momento el ΔP se iguala a la fuerza de la gravedad.³³
- Caudal: el caudal se controla por medio de la bomba dosificadora, la cual permite un flujo constante durante el proceso a un régimen laminar de trabajo.
- pH y temperatura: estos factores del agua se controlan antes de pasar por la zeolita porque fue pre-tratada previamente.
- Tamaño de grano de zeolita: según la ficha técnica de la zeolita tiene un tamaño de grano de 1,41 mm, por lo cual se considera que es constante durante todo el proceso.
- Diámetro del Filtro: se tiene en cuenta que el diámetro del filtro puede ocasionar un efecto pared. Este efecto es despreciable cuando el diámetro del filtro es grande en comparación al tamaño de grano.
- Tiempo de retención: el tiempo durante todas las corridas se mantuvo constante por el caudal al que se sometió el sistema.

³² RAMIREZ ZAMORA Rosa María, *ed al.*, Proceso de coagulación-floculación para el tratamiento de aguas residuales: desarrollo y utilización de nuevos compuestos para la reducción de lodos.

³³ MASCIARELLI, Roque y STANCICH, Silvia. Fluidización. Trabajo práctico No.5. Rosario, Argentina. Universidad Tecnológica Nacional. Facultad Regional Rosario. Departamento de Ingeniería, 2005. p. 4.

Teniendo en cuenta lo anterior, los parámetros escogidos son tipo de zeolita natural (virgen y activada) y altura de capa de zeolita, la variable respuesta es la concentración de hierro. El número de variables son 2, es decir 4 experimentos, a los cuales se les realizan 3 repeticiones para asegurar los resultados experimentales para un total de 12 experimentos.

En la **Tabla 8** se muestra el diseño factorial de 2^k utilizado, en donde se muestran las repeticiones para la altura de la capa de zeolita con sus respectivos resultados de concentración de hierro.

Tabla 8. Resultado de diseño de experimentos.

ALTURA	TIPO DE ZEOLITA	
	VIRGEN	ACTIVADA
5	0,45	0,57
	0,46	0,56
	0,38	0,57
15	0,33	0,47
	0,27	0,61
	0,26	0,6

Las hipótesis planteadas son:

- Para la altura:

Ho: no hay efecto de la altura de la capa de la zeolita en la remoción de hierro.

Hi: hay efecto de la altura de la capa de la zeolita en la remoción de hierro.

- Para el tipo de Zeolita:

Ho: no hay efecto del tipo de la zeolita en la remoción de hierro.

Hi: hay efecto del tipo de la en la remoción de hierro.

- Para la interacción altura y tipo de zeolita:

Ho: no hay efecto de la interacción entre el tipo de zeolita y la altura de la capa en la remoción de hierro.

Hi: hay efecto de la interacción entre el tipo de zeolita y la altura de la capa en la remoción de hierro.

Se realiza el ANOVA correspondiente a los datos arrojados por el diseño de experimentos como se muestra en **Tabla 9**, mostrando el comportamiento de varianza para así determinar el mejor resultado.

Tabla 9. ANOVA

ANOVA					
Fuentes variación	Suma Cuadrados	Grados de Libertad	Promedio de Cuadrados	F	Valor Critico para F
Entre Alturas	0,0169	1	0,0169	7,1303	5,31
Entre Tipo Zeolita	0,1261	1	0,1261	53,2711	5,31
Interacción Altura-Zeolita	0,0140	1	0,0140	5,9190	5,31
Error residual	0,0189	8	0,0024		
Total	0,1759	11			

4.4.2 Análisis ANOVA. Según los valores calculados con el estudio del ANOVA, el valor crítico para F es de 5,31, es decir, todos los valores de F que sean mayores que este valor son rechazados de lo contrario se acepta la hipótesis planteada.

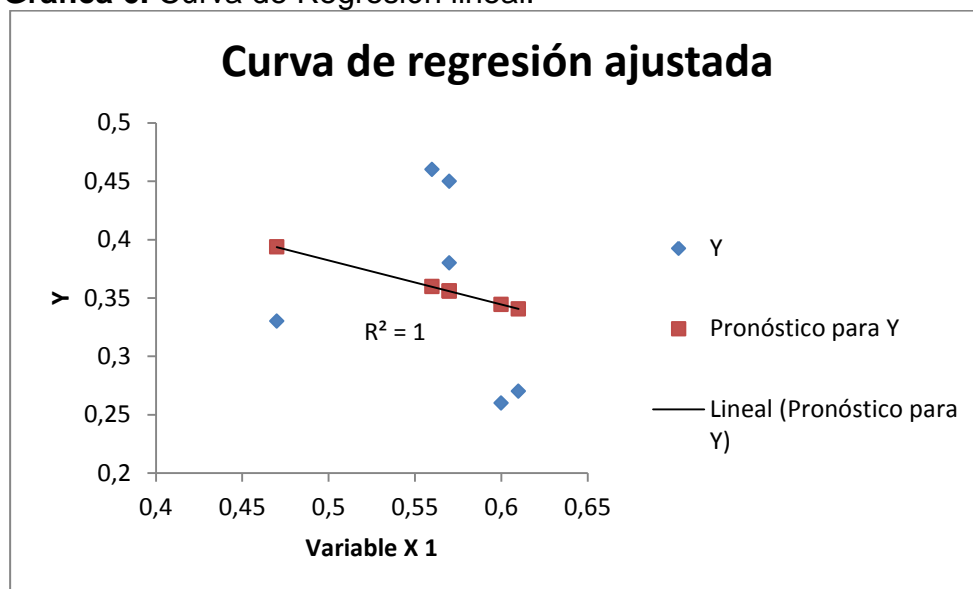
Se observa que para el caso de la altura de la capa de la zeolita se rechaza la hipótesis nula, ya que el valor de F es 7,1303. En otras palabras, el ANOVA muestra que hay efecto de la altura de la capa de la zeolita en la remoción del hierro.

Para el caso del tipo de zeolita se rechaza la hipótesis nula porque el valor de F es mayor al F crítico, es decir existe un efecto del tipo de zeolita en la remoción del hierro.

Para la interacción altura de la capa y tipo de zeolita se rechaza la hipótesis nula, debido a que el valor de F calculado es mayor al F crítico. Por ende, si existe el efecto de la interacción altura de la capa – tipo de zeolita en la remoción del hierro.

En la **Gráfica 6** se muestra la regresión lineal de los datos con un valor de R^2 igual a 1, lo que indica que el diseño de experimentos contempla una relación entre las variables elegidas y demuestra el grado de dependencia entre unas y otras.

Gráfica 6. Curva de Regresión lineal.



4.5 MONTAJE DE EXPERIMENTACIÓN Y FILTRACIÓN

La experimentación se realizó en los laboratorios de PME S.A.S. El montaje consiste en pasar agua pre-tratada por una bomba dosificadora de marca Hanna (Ver **Anexo F**) a caudal constante. Esta suministra el agua con el menor flujo permitido por la bomba para que exista un mayor tiempo de contacto con la zeolita. El agua pasa a una columna de vidrio de aproximadamente 16 cm de altura con un diámetro de 4 cm que contiene la zeolita, en la **Imagen 11** se muestra el montaje experimental cuando la columna tiene 5 cm de altura de zeolita. El agua pasa después a un beacker para que la muestra pueda ser recolectada.

Consideraciones que se utilizaron para la filtración:

- Para minimizar el efecto pared se recomienda que la relación entre el diámetro del filtro y el tamaño del grano del filtrante sea de treinta a cincuenta.³⁴
- La columna se soportó con pinzas metálicas a un soporte metálico.
- La alimentación de agua a la columna se realizó por la parte de abajo y su salida era por la parte superior, de esta manera se garantizaba mayor contacto del agua con la zeolita dentro de la columna.
- El flujo fue ajustado al 10% de un caudal de la bomba de 1,5 l/h, es decir 0,15 l/h que era el mínimo flujo permitido por la bomba.

³⁴ PATOCZKA Jurek, JOHNSON, Rusell. Trace heavy metals removal with ferric chloride. Disponible en: <http://goo.gl/fDnMcu>

Imagen 11. Montaje de la experimentación.



4.6 RESULTADOS DE LAS PRUEBAS

La determinación de Hierro se realizó en un espectrofotómetro de marca HACH (ver **Anexo H**) de longitud de onda de 510 nm con el método 8008 – método FerroVer hierro total para aguas, aguas residuales y aguas marinas. En la **Tabla 10** se observan los resultados del tratamiento de aguas con la zeolita natural virgen y la turbiedad correspondiente para cada muestra. Las muestras de la 1 a la 3 pertenecen a una altura de capa de 5 cm y las muestras de la 3 a la 6 corresponden a una altura de capa de 15 cm. La turbiedad se mide con la finalidad de determinar la saturación del medio filtrante, cuando se registra una turbiedad más alta en las muestras se puede asumir que la zeolita ya se está saturando.

Tabla 10. Concentración de Hierro en la zeolita natural virgen.

Muestra	Concentración de Hierro en la muestra mg Fe/ L	Turbiedad NTU
1	0,45	5,07
2	0,46	5,41
3	0,38	5,05
4	0,33	5,11
5	0,27	5,03
6	0,26	4,93

En la Tabla 11 se muestran los resultados de la concentración de hierro en la zeolita natural activada. Las muestras de la 1 a la 3 pertenecen a una altura de capa de 5 cm y las muestras de la 3 a la 6 corresponden a una altura de capa de 15 cm.

Tabla 11. Concentración de Hierro en la zeolita natural activada.

Muestra	Concentración de Hierro en la muestra mg Fe/ L	Turbiedad NTU
1	0,57	5,86
2	0,56	6,07
3	0,57	6,59
4	0,47	6,88
5	0,61	8,88
6	0,60	7,60

4.7 DETERMINACIÓN DE LA REMOCIÓN HIERRO EN AGUA

Se determina el porcentaje de remoción de hierro para cada muestra, esta remoción se determina por medio de la **Ecuación 2**.

Ecuación 2. Porcentaje de remoción de Hierro.

$$\%Remoción\ de\ Hierro = \frac{C_i - C_f}{C_i} * 100$$

Donde,

Ci: Es la concentración inicial de hierro en el agua.

Cf: Es la concentración final de hierro en el agua.

En la **Tabla 12** se observan los resultados en porcentajes de la remoción en la zeolita por cada muestra. El mejor porcentaje de remoción de hierro es de 58,20% para la muestra número 6, es decir, la zeolita natural virgen tiene mayores porcentajes de remoción que la activada. Las muestras de la 1 a la 6 pertenecen a la zeolita natural virgen y las muestras de la 7 a la 12 pertenecen a la zeolita natural activada.

Tabla 12. Porcentaje de remoción de hierro.

Muestra	Concentración inicial de Hierro mg Fe/ L	Concentración Final de Hierro mg Fe/ L	% de remoción de Hierro
1	0,622	0,45	27,65
2	0,622	0,46	26,05
3	0,622	0,38	38,91
4	0,622	0,33	46,95
5	0,622	0,27	56,59
6	0,622	0,26	58,20
7	0,622	0,57	8,36
8	0,622	0,56	9,97
9	0,622	0,57	8,36
10	0,622	0,47	24,44
11	0,622	0,61	1,93
12	0,622	0,60	3,54

4.8 ISOTERMA DE ADSORCIÓN

Para realizar la isoterma de adsorción se toman cuatro puntos de concentración iniciales de hierro (0,937 mg Fe/L; 0,813 mg Fe/L; 0,622 mg Fe/L; 0,47 mg Fe/L).

A cada una de estas muestras con concentraciones iniciales de hierro se les tomó los valores de concentración finales de hierro con el espectrofotómetro de marca HACH para determinar de esta manera la cantidad exacta de hierro removido por balance de materia (Ver **Ecuación 3**). Estos valores están dados en las tablas. (Ver **Tabla 13**, **Tabla 14**, **Tabla 15** y **Tabla 16**). Además se debe tener en cuenta la cantidad en peso de zeolita utilizada en cada capa de esta.

Ecuación 3. Balance de materia Hierro.

$$\text{Balance de materia Hierro} = \text{Concentración inicial} - \text{Concentración final}$$

Tabla 13. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.937

Muestra	Tipo zeolita	Altura capa [=] cm	Masa zeolita [=] g	[] final de Fe mg Fe/l	Balace de materia g/l	% remoci3n
1	Natural	5	60	0,515	0,422	45,07%
2	Natural	5	60	0,516	0,421	44,91%
3	Natural	5	60	0,498	0,439	46,80%
4	Natural	15	180	0,380	0,557	59,41%
5	Natural	15	180	0,354	0,583	62,20%
6	Natural	15	180	0,349	0,588	62,79%
7	Activada	5	60	0,766	0,171	18,24%
8	Activada	5	60	0,765	0,172	18,34%
9	Activada	5	60	0,766	0,171	18,24%
10	Activada	15	180	0,749	0,188	20,07%
11	Activada	15	180	0,768	0,169	18,03%
12	Activada	15	180	0,768	0,169	18,06%
[] inicial mg Fe/L	0,937					

Tabla 14. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.813

Muestra	Tipo zeolita	Altura capa [=] cm	Masa zeolita [=] g	[] final de Fe mg Fe/l	Balace de materia g/l	% remoci3n
1	Natural	5	60	0,493	0,320	39,31%
2	Natural	5	60	0,497	0,316	38,87%
3	Natural	5	60	0,459	0,354	43,49%
4	Natural	15	180	0,360	0,453	55,78%
5	Natural	15	180	0,320	0,493	60,62%
6	Natural	15	180	0,313	0,500	61,56%
7	Activada	5	60	0,618	0,195	24,03%
8	Activada	5	60	0,616	0,197	24,25%
9	Activada	5	60	0,618	0,195	24,03%
10	Activada	15	180	0,585	0,228	28,06%
11	Activada	15	180	0,622	0,191	23,52%
12	Activada	15	180	0,621	0,192	23,59%
[] inicial mg Fe/L	0,813					

Tabla 15. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.622

Muestra	Tipo zeolita	Altura capa [=] cm	Masa zeolita [=] g	[] Final de Fe mg Fe/L	Balance de materia g/L	% remoción
1	Natural	5	60	0,45	0,172	27,65%
2	Natural	5	60	0,46	0,162	26,05%
3	Natural	5	60	0,38	0,242	38,91%
4	Natural	15	180	0,33	0,292	46,95%
5	Natural	15	180	0,27	0,352	56,59%
6	Natural	15	180	0,26	0,362	58,20%
7	Activada	5	60	0,57	0,052	8,36%
8	Activada	5	60	0,56	0,062	9,97%
9	Activada	5	60	0,57	0,052	8,36%
10	Activada	15	180	0,47	0,152	24,44%
11	Activada	15	180	0,61	0,012	1,93%
12	Activada	15	180	0,6	0,022	3,54%
[] agua pre trat mg Fe/L	0,622					

Tabla 16. Información [] Agua pre tratada mg Fe / L = 0.47

Muestra	Tipo zeolita	Altura capa [=] cm	Masa zeolita [=] g	[] Final de Fe mg Fe/l	Balance de materia g/l	% remoción
1	Natural	5	60	0,416	0,054	6,70%
2	Natural	5	60	0,432	0,038	4,65%
3	Natural	5	60	0,308	0,162	19,91%
4	Natural	15	180	0,307	0,163	20,04%
5	Natural	15	180	0,225	0,245	30,11%
6	Natural	15	180	0,213	0,257	31,65%
7	Activada	5	60	0,522	-0,052	-6,44%
8	Activada	5	60	0,504	-0,034	-4,20%
9	Activada	5	60	0,522	-0,052	-6,44%
10	Activada	15	180	0,355	0,115	14,13%
11	Activada	15	180	0,598	-0,128	-15,77%
12	Activada	15	180	0,579	-0,109	-13,38%
[] agua pre trat mg Fe/L	0,47					

La isoterma de Freundlich tiene parámetros ajustables para diversos sistemas y se origina de manera empírica. Esta isoterma es usada para formular cinéticas en donde existen reacciones de síntesis de amoníaco sobre un catalizador de hierro.³⁵ Esta isoterma tiene en cuenta la heterogeneidad de la superficie del adsorbato y está dada por la **Ecuación 4**.

Ecuación 4. Isoterma de Freundlich.

$$C_{i,S} = K_f * C_{i,A}^n$$

Donde K es la constante de adsorción de Freundlich, n una constante empírica que depende del sistema al que es expuesto, C son las concentraciones.³⁶ Para el caso experimental se toma la **Ecuación 5** que expresada por Letterman y la American Water Works Association de manera logarítmica³⁷ indican el mejor mecanismo de adsorción entre la zeolita y el hierro.

Ecuación 5. Isoterma de Freundlich de manera logarítmica.

$$\log q_e = \log K + \frac{1}{n} \log C_e$$

Donde q_e es la cantidad de masa de adsorbato (mg Fe/ L) sobre la cantidad de masa de adsorbente (g de zeolita) en el equilibrio y C_e es la concentración inicial en equilibrio (mg Fe /L). Los valores para uno sobre n deben ser diferentes a 1 para así asegurar una separación entre el adsorbato y adsorbente.

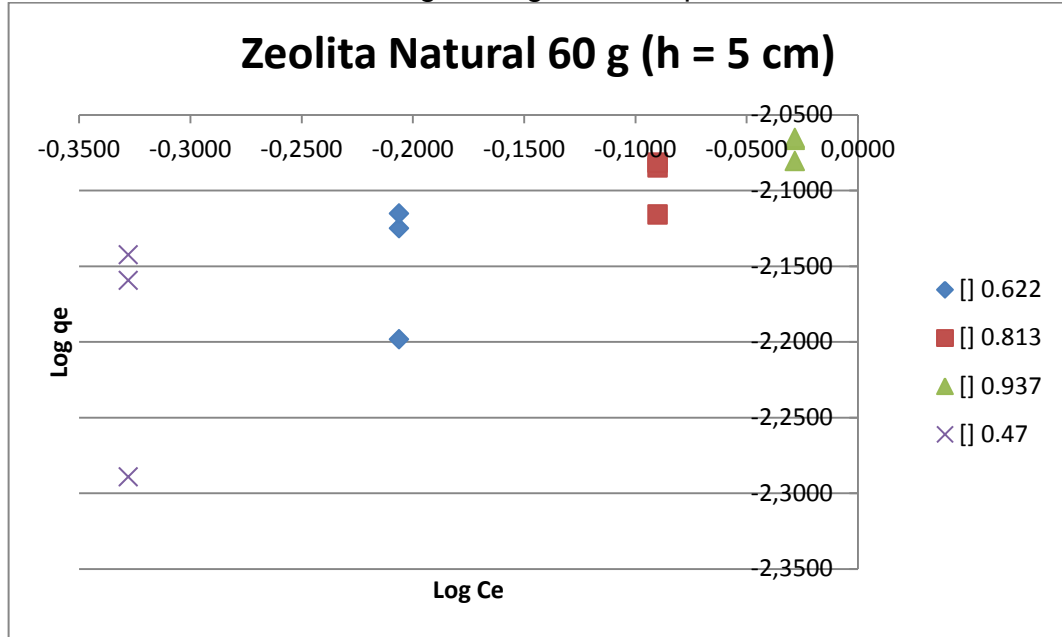
De esta manera se calculan las variables y se gráfica para cada tipo de zeolita natural (virgen o activada). (Ver gráficas **Gráfica 7**, **Gráfica 8**, **Gráfica 9** y **Gráfica 10**)

³⁵ IZQUIERDO, José F, *et al.* Cinética de las reacciones químicas. Barcelona: Edicions Universitat de Barcelona, 2004. p. 165 - 166

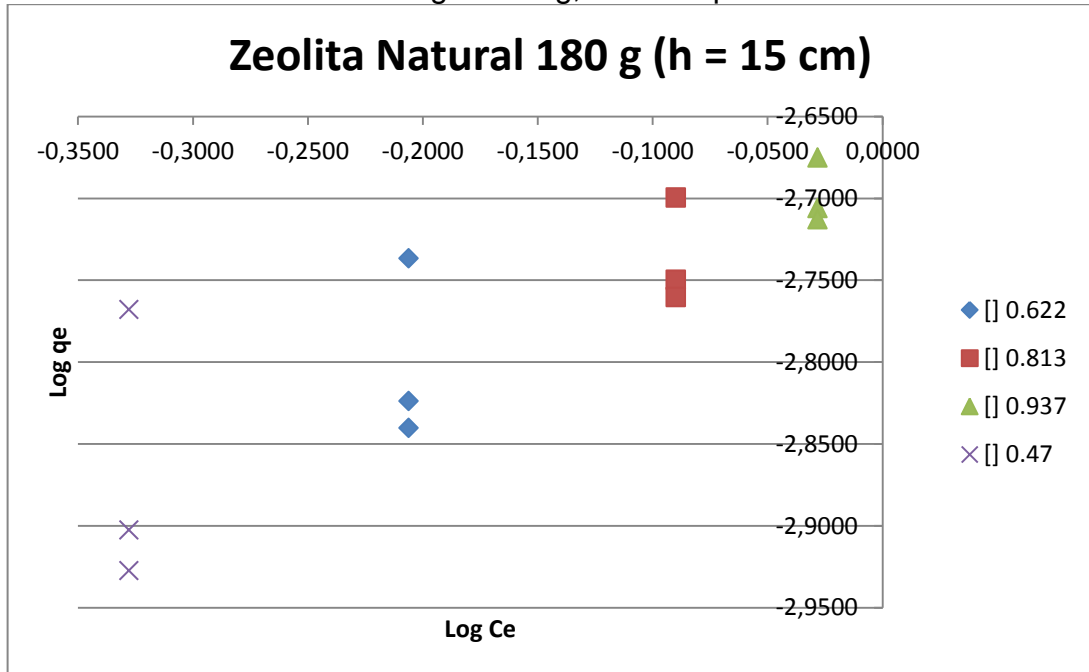
³⁶ DOMÉNECH Xavier y PERAL José. Química Ambiental de sistemas terrestres. Barcelona: Editorial Reverté, S.A, 2006. p. 51

³⁷ LETTERMAN R.D y AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION. Calidad y tratamiento del agua. Manual de suministro de agua comunitaria, citado por MEJIA ZAMUDIO, Flérida, *et al.* Adsorción de arsénico en zeolita natural pre tratada con óxidos de magnesio. México. En: Rev. Int. Contam. Ambient. 2009. p. 7.

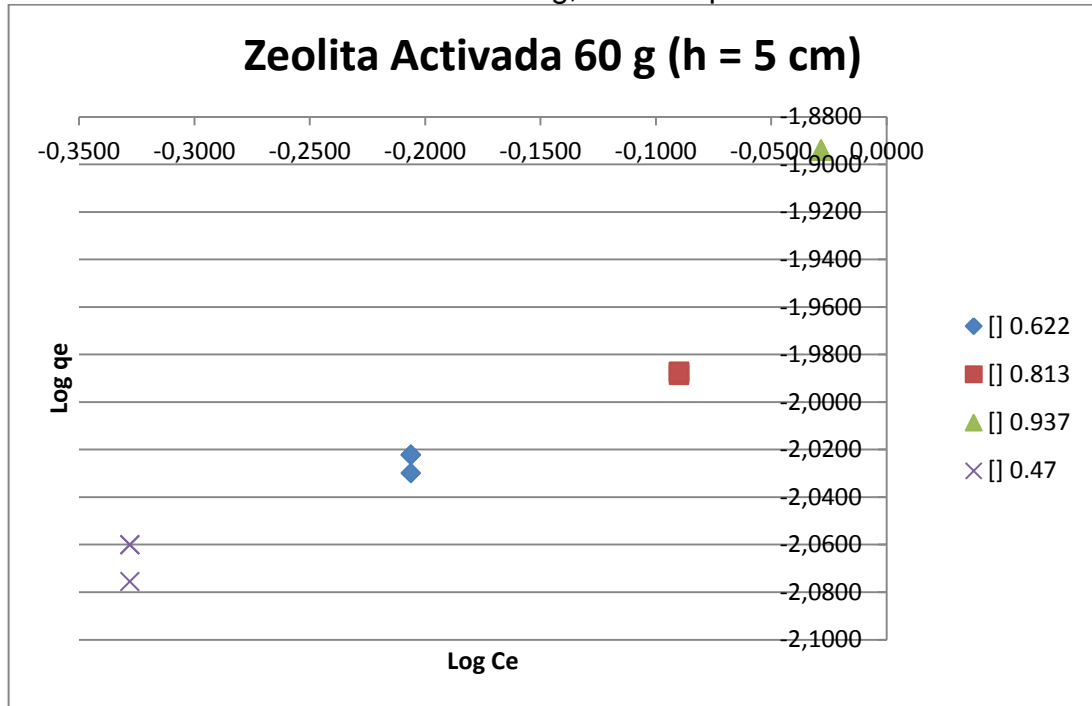
Gráfica 7. Zeolita Natural Virgen 60 g, altura capa 5 cm



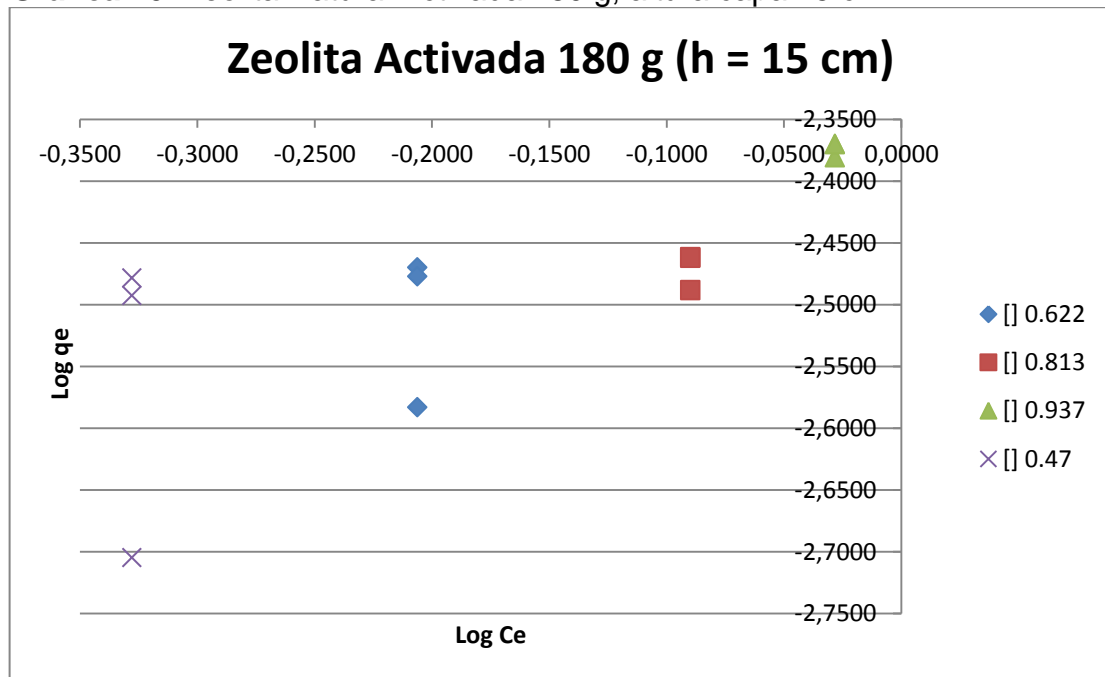
Gráfica 8. Zeolita Natural Virgen 180 g, altura capa 15 cm



Gráfica 9. Zeolita Natural Activada 60 g, altura capa 5 cm



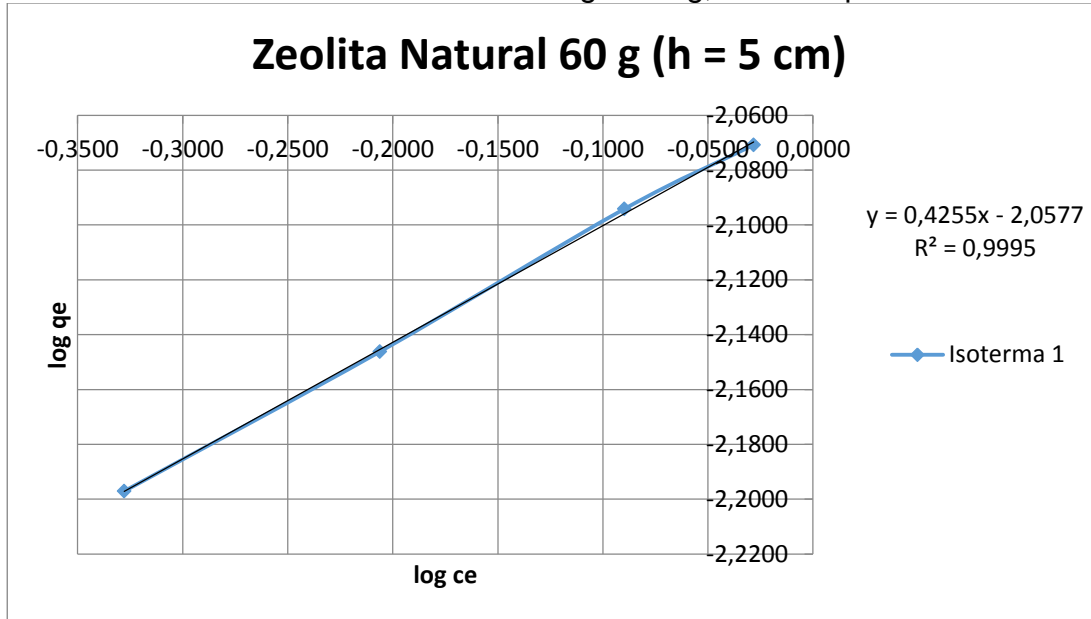
Gráfica 10. Zeolita Natural Activada 180 g, altura capa 15 cm



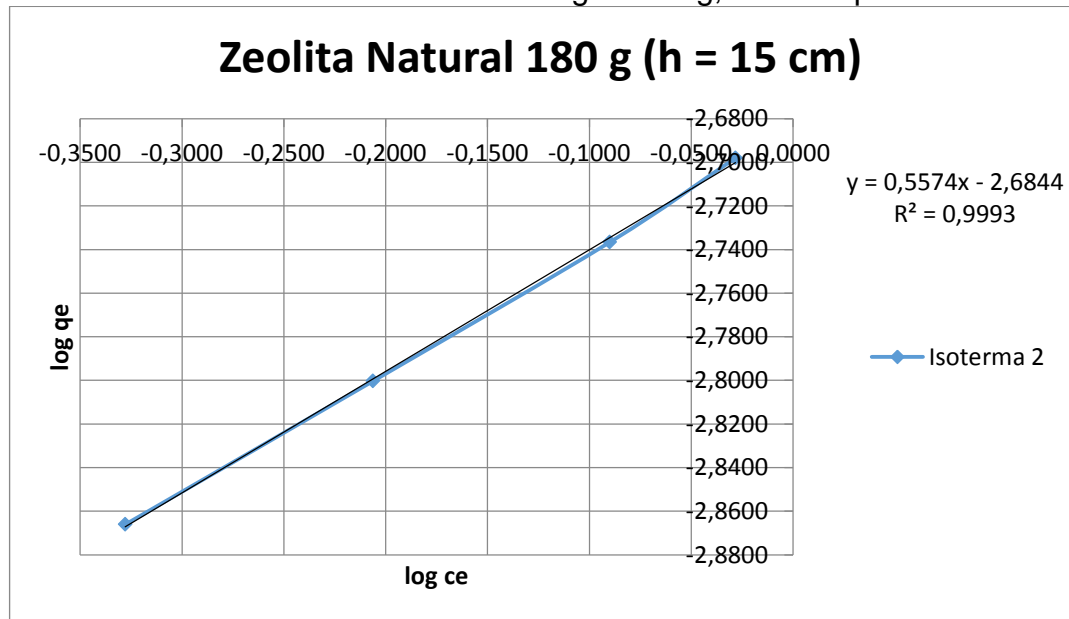
Para obtener una regresión más específica, se toman los puntos encontrados en los diferentes ensayos y se calcula el centro de masa de cada uno de ellos. Este valor representa la tendencia que va a tener el punto de equilibrio tras realizar un

número infinito de ensayos. Las isothermas encontradas para cada tipo de zeolita a diferentes alturas de capa se muestran a continuación.

Gráfica 11. Isotherma Zeolita Natural Virgen 60 g, altura capa 5 cm



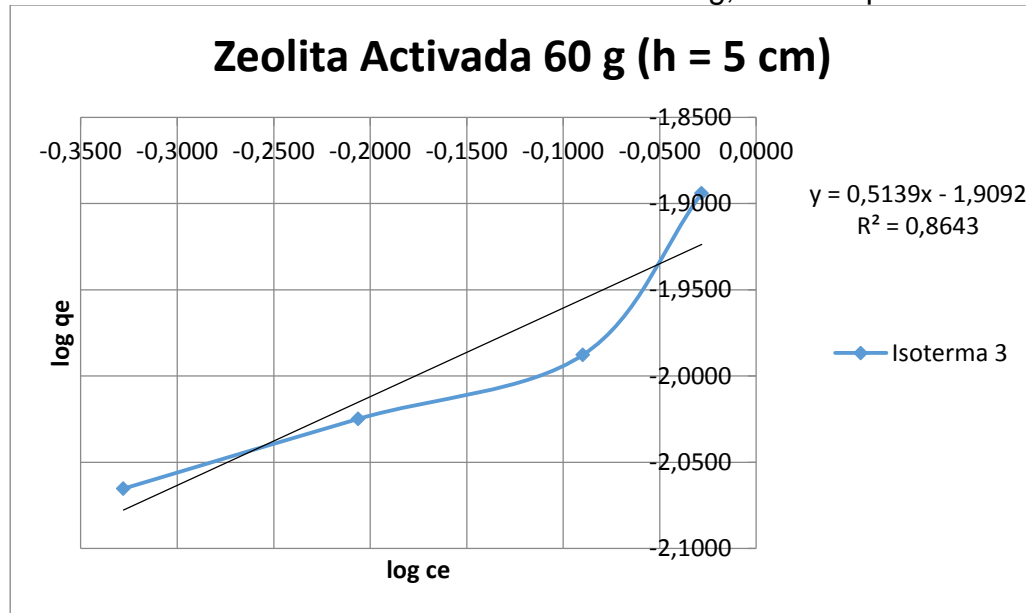
Gráfica 12. Isotherma Zeolita Natural Virgen 180 g, altura capa 15 cm



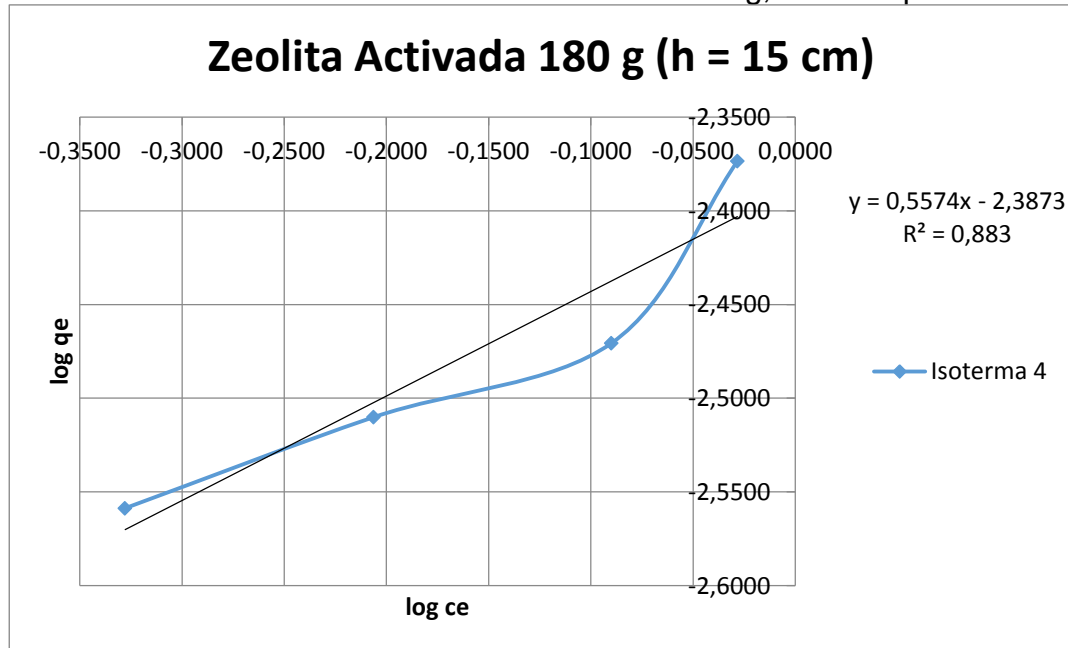
La **Gráfica 11** y la **Gráfica 12** arrojan un R^2 cercano a uno, es decir, existe una correlación satisfactoria. Como se mencionó anteriormente la variable $1/n$ debe ser diferente de 1 para indicar una separación adecuada. Según lo observado, la

Gráfica 11 arroja una mejor separación ya que tiene un mejor mecanismo de adsorción con un $1/n = 0,4255$ y la capacidad de adsorción es $K = 2,0577$ mg/g.

Gráfica 13. Isotherma Zeolita Natural Activada 60 g, altura capa 5 cm



Gráfica 14. Isotherma Zeolita Natural Activada 180 g, altura capa 15 cm



La **Gráfica 13** y la **Gráfica 14** arrojan un R^2 con valores de 0,8643 y 0,883 respectivamente, es decir, existe una correlación pero no es la esperada en la separación. Como se mencionó anteriormente la variable $1/n$ debe ser diferente de

1 para indicar una separación adecuada, según lo observado, la **Gráfica 13** arroja una mejor separación ya que tiene un mejor mecanismo de adsorción con un $1/n = 0,5139$ y la capacidad de adsorción es $K = 1,9092$ mg/g.

4.9 ANÁLISIS REMOCIÓN HIERRO POR ZEOLITA CLINOPTILOLITA E ISOTERMA DE ADSORCIÓN

Los resultados obtenidos del diseño de experimentos arrojaron un total de 12 muestras experimentales para realizar los porcentajes de remoción de hierro con la zeolita natural virgen y activada. Se comprobó en los dos casos la remoción de hierro, sin embargo, las muestras que tuvieron mayor remoción fueron las de la zeolita natural virgen, primordialmente en la muestra número 6, con un porcentaje de remoción de 58,20%. De este resultado se verifica que los factores de mayor importancia e influencia en el experimento fueron la altura de la capa de zeolita y el tipo de zeolita natural utilizada. El parámetro de turbiedad se ve afectado por la remoción de hierro puesto que a mayor remoción de hierro menor valor tomará la turbiedad. Si la turbiedad comienza a elevar su valor es un indicativo de saturación del medio. El menor porcentaje de remoción lo obtuvo la muestra número 11, con 1,93%, aclarando que de la muestra 7 a la muestra 12 el tipo de zeolita utilizado fue la activada. No se presentó mayor remoción en la zeolita natural activada por el mecanismo artificial utilizado. Este hecho pudo deberse a la saturación del medio ya que en estas muestras el parámetro de la turbiedad aumentó, además de que esta zeolita fue expuesta a un mayor número de lavadas y manipulación.

Se obtuvo para cada test de jarras una isoterma de adsorción para un total de 4 isotermas. La ecuación expresada por Letterman corresponde a la forma logarítmica de las isotermas de Freundlich. La isoterma que arrojó el mejor coeficiente de correlación fue la de la zeolita natural de altura capa de 5 cm con un $R^2 = 0,9995$, lo que significa que tuvo un ajuste lineal lo que significa que tuvo un ajuste lineal donde se co-relacionan los datos entre adsorbato y adsorbente, por ende describe un mejor mecanismo de adsorción. La Isoterma que arrojó el menor coeficiente de correlación fue la isoterma de zeolita activada con una altura de capa de 5 cm con un $R^2 = 0,8643$, tuvo menor mecanismo de adsorción por la saturación del medio explicada anteriormente.

De esta manera se da cumplimiento al objetivo general y al tercer objetivo planteado en el proyecto realizándose el tratamiento completo de las aguas residuales. En el siguiente capítulo se describirán los costos aproximados etapa por etapa del proyecto.

5. COSTOS

El sistema de tratamiento de aguas residuales con zeolita clinoptilolita, implica desde la recolección de muestra, transporte y análisis en laboratorio hasta el proceso en el cual se transfiere por la zeolita. Cada uno de estos pasos incluye los costos directos o costos variables que se involucran en el proceso de producción.

En el presente proyecto se analizan los costos de producción efectuados para el tratamiento con zeolita clinoptilolita, teniendo en cuenta los costos directos de este proceso. Los costos directos son aquellos valores que se identifican y cuantifican por unidad de producción, en ellos se encuentran la cantidad de materia prima directa y mano de obra directa.

El proceso de tratamiento de agua con zeolita clinoptilolita es realizado por la empresa PME Ingeniera (Petrolera Minero Energética). Esta empresa al ver la crisis actual debido a la industria petrolera busca invertir e investigar sobre otros campos de tratamiento diferentes al petrolero para así ampliar su Portafolio de Servicios, diversificar su mercado y mejorar su flujo de caja en el mediano plazo, mejorando así, su capacidad competitiva en el mercado.

La empresa Lucta Grancolombiana S.A.S será la empresa piloto con la cual PME empezará a ofrecer sus servicios para dicho tratamiento. Lucta proporciona gratuitamente a PME las muestras de sus aguas residuales industriales (20 litros) y del envase de plástico, PME se hace cargo del costo de transporte de la muestra desde Lucta a sus instalaciones.

Una vez recolectada la muestra se procede a realizar la caracterización del agua residual inicial para así determinar los contaminantes presentes en ella. PME terceriza esta labor a la empresa CIAN LTDA. encargada de analizar los parámetros de aceites y grasas, conductividad, demanda química de oxígeno (DQO), hierro, sólidos suspendidos totales, tensoactivos y turbiedad, esta caracterización tiene un valor de \$180,960 COP. Los parámetros de pH y Temperatura fueron tomados en la empresa, el termómetro con un precio de \$8,000 COP y las láminas medidoras de pH marca Merck un precio de \$55,000 COP. Véase **Tabla 17**.

Tabla 17. Costos Caracterización Inicial Agua Residual

Ítem	Costo -Incluido IVA-
Análisis de Parámetros CIAN LTDA	\$180,960
Termómetro	\$8,000
Láminas Medidoras PH	\$55,000
Total	\$243,960

Una vez identificados los contaminantes presentes en el agua residual, se procede a realizar el pre-tratamiento del agua residual, los cuales se realizan con el coagulante policloruro de aluminio (PAC) de la empresa Comercial FOX S.A.S con un valor de \$1,780 por Kg, el floculante usado en esta prueba es la poliacrilamida catiónica seca de marca Kemira con un valor de \$12,962 por Kg, el equipo usado en este paso es un Floculador E&Q F4-300 el cual la empresa PME compra por un valor de \$2'656,400 COP, la cual debe contar con 4 beakers de 600 ml con un precio de \$15,000 COP.

Para este proceso se deben tener en cuenta que los envases donde se recolecta el agua tratada deben ser de plástico con tapa de 2 litros de volumen (4 en total) su valor es de \$2,500 COP por cada una. El agua se debe caracterizar para observar la muestra después del tratamiento, al igual que la primera PME terceriza esta labor, los parámetros analizados son demanda química de oxígeno, hierro, sólidos suspendidos totales y turbiedad, esta caracterización tuvo un valor de \$88,160 COP, todo se muestra en la **Tabla 18**.

Tabla 18. Costos Pre tratamiento Agua Residual

Ítem	Unidad de Medida	Cantidad Necesaria para una Unidad	Costo Unitario	Costo Total
Coagulante	Kilogramo	0,006	\$1,780	\$10,68
Poliacrilamida Catiónica	Kilogramo	0,006	\$12,962	\$77,77
Floculador E&Q F4-300	Unidad	1	\$2'656,400	\$2'656.400
Beaker 600 ml	Unidad	4	\$15,000	\$60,000
Envase Plástico 2 Lt	Unidad	4	\$2,500	\$10,000
Análisis Parámetros	Unidad	1	\$88,160	\$88,160
Total				\$2'814,648

El agua pre-tratada se procede en una última fase de experimentación, la cual pasa por una bomba dosificadora marca Hanna la cual PME compra por un valor de \$766,400 COP, esta bombea el flujo de agua en un caudal mínimo para garantizar el tiempo que se retendrá por la zeolita, la cual se encuentra en una columna de vidrio marca Vilabquim con un valor de \$348,000 COP.

Se realizó un experimento de 12 muestras de agua, las cuales pasaron a diferentes alturas de zeolita tratada y natural, la zeolita tratada fue activada con Sulfato de Manganeso la cual tuvo un costo de \$4,900 por Kg, la zeolita marca Terkim S.A.S tuvo un valor de \$5,000 COP por kg.

La recolección de las 12 muestras se hace en envases de plásticos de un litro de volumen cada una con un precio de \$600 COP, se realiza la compra de 15 envases. Ver **Tabla 19**.

Tabla 19. Costos Última Fase Experimentación

Ítem	Unidad de Medida	Cantidad Necesaria para una Unidad	Costo Unitario	Costo Total
Bomba Dosificadora	Unidad	1	\$766,400	\$766,400
Columna	Unidad	1	\$348,000	\$348,000
Sulfato de Manganeseo	Kilogramo	0,001	\$4,900	\$4,9
Envases Muestras	Unidad	15	\$600	\$9,000
Zeolita Terkim	Kilogramo	2	\$5,000	\$10,000
Total				\$1'133,404

Por último, se deben analizar las 12 muestras para identificar la cantidad de hierro removido por la zeolita, cada muestra tiene un valor de \$28,000 sin IVA, el valor total de la última caracterización es de \$389,760 COP, este análisis fue tercerizado a la empresa CIAN LTDA. Para la realización de las isotermas se deben analizar tres concentraciones más cada una de doce muestras es decir un total de 36 muestras más analizar.

Este proceso debe ser realizado por un laboratorista químico o técnico químico, encargado de recolectar la muestra teniendo en cuenta todas las consideraciones sobre las normas NTC, este técnico fue contratado por prestación de servicios por dos meses durante la experimentación el cual tuvo un valor de \$800,000 COP por mes, en donde realizó el pre-tratamiento de la muestra, montaje y tratamiento por la zeolita. Ver **Tabla 20**.

Tabla 20. Costos Última Caracterización y Mano de Obra.

Ítem	Unidad de Medida	Cantidad Necesaria para una Unidad	Costo Unitario	Costo Total
Análisis Hierro [] 0,47 mg Fe / L	Unidad	12	\$28,000	\$389,760
Análisis Hierro [] 0,622 mg Fe / L	Unidad	12	\$28,000	\$389,760
Análisis Hierro [] 0,813 mg Fe / L	Unidad	12	\$28,000	\$389,760
Análisis Hierro [] 0,937 mg Fe / L	Unidad	12	\$28,000	\$389,760
Laboralista químico	Día	50	\$32,000	\$1'600,040
Total				\$3'159,040

La evaluación de costos se realizó teniendo en cuenta cada etapa del tratamiento: La primera etapa del proyecto es la caracterización inicial del agua, esta etapa tuvo un costo de \$243,960; la segunda etapa es el pre-tratamiento del agua residual, cuyo costo fue de \$2'814,648, la tercera etapa del proyecto es el tratamiento de agua por medio de la zeolita clinoptilolita, esta experimentación tuvo un costo de \$1'133,404 y el costo de los análisis del parámetro del hierro fue de \$ 3'159.040. El costo total del proyecto es de aproximadamente \$7'351,052, en el cual va incluido materia prima y los equipos necesarios para realizar el tratamiento de agua. De esta manera se da cumplimiento al cuarto objetivo planteado por este proyecto.

6. CONCLUSIONES

- Se logró la caracterización del agua con los parámetros escogidos, permitiendo la identificación de los componentes contaminantes de interés. Donde dichos parámetros físicos y químicos están presentando una no conformidad según la Resolución 631 del 2015.
- Como resultado del test de jarras se obtuvo las dosis adecuadas de coagulante PAC y floculante poliacrilamida catiónica para el pre tratamiento del agua residual estudiado.
- Mediante el pre-tratamiento se disminuyó 9341 mg/L O₂ el DQO, 191 mg/L los sólidos suspendidos totales, hierro en un 2,69 mgFe/L y la turbidez 70,9 NTU en comparación con la muestra inicial de agua.
- Se disminuyó aproximadamente en un 58,20% el hierro y en un 67,98% la turbidez, respecto a la muestra de pre-tratamiento por el método de filtración por adsorción con zeolita natural clinoptilolita.
- Se observó que los factores que tienen mayor influencia en la remoción de hierro son la altura de la capa de zeolita y el tipo de zeolita natural virgen o activada, debido a que estas variables intervienen directamente con la capacidad de adsorción de hierro.
- Se evidencia durante el proceso de remoción de hierro por medio de los porcentajes, que la zeolita activada con MnSO₄ tiene una remoción de aproximadamente del 10%, mientras que la zeolita virgen de un 60%, es decir, la zeolita virgen remueve mayor cantidad de hierro que la activada.
- Se identifica que la remoción de hierro aumenta cuando incrementa la altura de la capa de zeolita, esto debido a la mayor capacidad de contacto que tiene el agua residual con la zeolita.
- Se realizaron cuatro isotermas de adsorción, cada una de ellas según la altura de la capa y el tipo de zeolita (virgen, activada). La isoterma que arrojó el mejor coeficiente de correlación fue la de la zeolita natural de altura capa de 5 cm con un $R^2 = 0,9995$, lo que significa que tuvo un ajuste lineal donde se correlacionan los datos entre adsorbato y adsorbente, por ende describe un mejor mecanismo de adsorción.
- Se realizó la evaluación de costos del proyecto, teniendo en cuenta cada uno de las fases del proyecto. El valor total del proyecto es de \$7'351.052.

7. RECOMENDACIONES

- Evaluar la saturación, debido a los resultados obtenidos de turbidez en las muestras finales del tratamiento.
- Evaluar el uso de carbón activado con Zeolita natural para determinar el porcentaje de remoción de metales en aguas en conjunto.
- Evaluar el uso de diferentes activadores de Zeolita natural para la remoción de metales en aguas.
- Evaluar el coeficiente de adsorción de la Zeolita natural Clinoptilolita.
- Evaluar la purificación del agua para consumo humano por medio de la Zeolita Clinoptilolita.
- Evaluar el tratamiento de aguas de diferentes sectores industriales con Zeolita natural o artificial.

BIBLIOGRAFÍA

- AWT S.A, Policloruro de Aluminio PAC, Ficha Técnica. Quito, Ecuador. p. 1.
- AWWA (AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION) Standard Methods for Examination of Water and Wasterwater, 22th Ed
- BARBA, Luz Edith. Conceptos básicos de la contaminación de agua y parámetros de medición. Universidad del Valle. Facultad de ingenierías. Departamento de ingeniería sanitaria y ambiental Cali, Colombia, 2002. p 23.
- CHICA T., Faber de J., *et al.*, La Zeolita en la mitigación ambiental. En: Revista lasallista de investigación. Bogotá. Vol. 3, No. 1, (ene. – jun. 2006); p 31.
- COGOLLO FLOREZ, Juan Miguel. Clarificación de aguas usando coagulantes polimerizados: caso de hidroxiclورو de Aluminio.
- CUBILLOS, Armando. Proyecto de desarrollo tecnológico de las instituciones de abastecimiento de agua potable y alcantarillado: parámetros y características de las aguas residuales. Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente. Lima, Perú; p. 3 - 4
- CUCHIMAQUE, Carolina. Remoción de Hierro y Manganeseo en aguas naturales por adsorción –oxidación sobre zeolita natural tipo clinoptilolita. Trabajo de Grado Química. Bucaramanga, Santander. Universidad Industrial del Santander. Facultad de Ciencias. Departamento de Química. 2006. p. 6.
- DIAZ D, Carlos. Agua potable para comunidades rurales, reuso y tratamientos avanzados de aguas residuales domésticas, Ripda, 2003. p. 38.
- DOMÉNECH Xavier y PERAL José. Química Ambiental de sistemas terrestres. Barcelona: Editorial Reverté, S.A, 2006. p. 51
- ESPINOSA, Laura. Estudios de tratabilidad de agua residual industrial utilizando tecnología de membranas. Trabajo de profundización Magister en ingeniería ambiental. MANIZALES, COLOMBIA: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de ingeniería y arquitectura. Departamento de ingeniería química, 2015. p. 29.
- GARCÍA, Norma. Análisis de la adsorción como método de pulimiento en el tratameinto de aguas residuales. Quivera [en línea] 2012, 14 (Enero-Junio) : [Citado el 05 de mayo de 2016] Disponible en:<<http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=40123894007>>
- GIONNETTO, G,. Zeolitas: características, propiedades y aplicaciones Industriales. Eds. Editorial Innovación Tecnológica. Caracas, Venezuela. 1990
- GÓMEZ P, Nestor. Remoción de materia orgánica por coagulación-floculación. Trabajo de Grado Ingeniería Química. Manizalez, . Universidad Industrial de

Santander. Facultad de Ingeniería. Departamento de Ingeniería Química. 2005. p. 32.

HUERTA D, Miguel Angel. Oxihidroxidos de hierro y manganeso. Geoquímica de Sedimentos. Instituto de Investigaciones Oceanológicas. Internet: <http://c.facilisimo.com/dsk/1951353.html?fba> [con acceso el 05 de mayo del 2016].

IDEAM. (1998). Desempeño ambiental de la tecnología en la industria Colombiana. IDEAM, 21.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y DE CERTIFICACIÓN. Directrices para el diseño de programas de muestreo. NTC-ISO 5667-1. Bogotá. ICONTEC. 2008.

_____. Directrices para la conservación y manejo de las muestras. NTC-ISO 5667-3. Bogotá. El instituto. 2008.

_____. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización. Bogotá. El instituto. 2008. p.110.

_____. Procedimiento para el ensayo de coagulación-floculación en un recipiente con agua o método de jarras. NTC-ISO 3903. Bogotá. El instituto. 2008.

_____. Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 4490. Bogotá. El instituto. 1998. p. 12.

_____. Referencias Documentales para fuentes de informaciones electrónicas. NTC 5613. Bogotá. El instituto. 1998. p. 8.

INSTITUTO LATINOAMERICANO DE LA COMUNICACIÓN EDUCATIVA. Qué es una zeolita? [En línea] http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/55/htm/sec_3.html [Citado el 20 de marzo del 2016]

INSTITUTO NACIONAL DE SALUD. Programa de vigilancia por laboratorio de la calidad de agua para consumo humano. Manual de instrucciones para la toma, preservación y transporte de muestras de agua de consumo humano para análisis de laboratorio. Bogotá D.C. 2011. p, 27.

IZQUIERDO, José F, *et al.* Cinética de las reacciones químicas. Barcelona: Edicions Universitat de Barcelona, 2004. p. 165 - 166

KEMIRA, Información técnica Superfloc serie A-1800 PAMs anionicas en emulsión, Mexico

LETTERMAN R.D y AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION. Calidad y tratamiento del agua. Manual de suministro de agua comunitaria, citado por MEJIA ZAMUDIO, Flérida, *et al.* Adsorción de arsénico en zeolita natural pre tratada con óxidos de magnesio. México. En: Rev. Int. Contam. Ambient. 2009. p. 7.

MASCIARELLI, Roque y STANCICH, Silvia. Fluidización. Trabajo práctico No.5. Rosario, Argentina. Universidad Tecnológica Nacional. Facultad Regional Rosario. Departamento de Ingeniería, 2005. p. 4.

MCFARLAND, Marck L. "Problemas del agua potable : El hierro y el manganeso." Internet: <www.texaswater.tamu.edu/resources/factsheets/l5451sironandman.pdf>

NORDBERG G. F. 1990. Human health of metals in drinking water: relationship to cultural acidification, citado por HERNANDEZ ROMERO I et al. Clarificación del arroyo el Hueleque de Poza Rica, Ver., Utilizando cal, sulfato de aluminio e hidroxloruro de aluminio. Tuxpan: Revista Latinoamericana de Recursos Naturales, 2013. p. 2.

NÚÑEZ N., Yesenia E. Estudio de una zeolita natural del tipo clinoptilolita activada y no activada y su actividad en la deshidratación de alcoholes. Trabajo de grado Licenciatura Química. Cumaná.: Universidad del Oriente de Venezuela. Facultad de Ciencias, Departamento de Química. 2009. p. 8.

ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD, Guías para la calidad del agua potable. Estados Unidos. Vol. 1. 2006.p., 287.

PATOCZKA Jurek, JOHNSON, Rusell. Trace heavy metals removal with ferric chloride. Internet: (www.patoczka.net/Jurek%20Pages/Papers/Trace%20HeMe%20Removal%20with%20Ferric.pdf)
<http://www.patoczka.net/Jurek%20Pages/Papers/Trace%20HeMe%20Removal%20with%20Ferric.pdf>).

RAMÍREZ ZAMORA Rosa María, Ed it. Proceso de coagulación-floculación para el tratamiento de aguas residuales: desarrollo y utilización de nuevos compuestos para la reducción de lodos.

RIGOLA LAPEÑA, Miguel. Tratamiento de aguas industriales: Aguas de proceso y residuales. Barcelona: Marcombo, 1.990. p. 142.

ANEXOS

ANEXO A
REQUERIMIENTOS PARA MANEJO DE MUESTREO DE PRESERVACIÓN Y
ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Tomado de, Tratamientos de aguas residuales, Ministerio de Desarrollo Económico, Dirección de Agua Potable y Saneamiento Básico. (2000).

Determinación	Recipiente	Tamaño mínimo de la muestra MI	Preservación	Almacenamiento máximo (Recomendado/Regulatorio)
Olor	V	500	Analizar tan pronto sea posible; refrigerar	6 horas
Aceites y Grasas	V, Boquilla amplia calibrada	1000	Adicionar H ₂ SO ₄ , Refrigerar	28 días / 28 días
Compuestos Orgánicos 1) Pesticidas 2) Fenoles 3) Purgables por purga	V(S), tapas de politetrafluoretileno TFE	500 50	Refrigerar; adicionar 1000 mg de ácido ascórbico / L, si hay cloro residual presente	Hasta la extracción; 40 días después de la extracción / 28 días 7 días / 14 días
Oxígeno Disuelto: Método de electrodo Método de Winkler	V, botella de DBO	300	Analizar inmediatamente. La titulación puede ser retrasada después de la acidificación	H / stat 8 horas / 8 horas
Ph	P, V		Analizar inmediatamente	2 horas /N.S
Sólidos	P, V		Refrigerar	7 días / 2- 7 días
Temperatura	P,V		Analizar inmediatamente	Stat /Stat
Turbidez	P,V		Analizar el mismo día	24 horas / 48 horas

Determinación	Recipiente	Tamaño mínimo de la muestra MI	Preservación	Almacenamiento máximo (Recomendado/Regulatorio)
DQO	P,V	1000	Refrigerar	48 horas
DBO	P,V	100	Adicionar H ₂ SO ₄ , Refrigerar	28 días
Dureza	P,V	100	Adicionar HNO ₃ hasta pH < 2, Refrigerar	6 meses
COT	V	100	Adicionar HCl a PH<2, refrigerar.	Inmediatamente

ANEXO B

FICHA TÉCNICA DEL POLICLORURO DE ALUMINIO O PAC

	HSQ	Código: HSQ-R-10
		Versión: 02
		Fecha: 2012/08/22
	FICHA TÉCNICA	Página: 1 de 1

Nombre comercial:	Floc-F
Nombre común:	Policloruro de aluminio
Sinónimos:	Cloruro de polialuminio, polialuminio de cloruro
No. CAS:	1327-41-9
EINECS:	215-477-2

ESPECIFICACIONES TÉCNICAS

<u>PRUEBAS</u>	<u>ESPECIFICACIONES</u>
Peso molecular	133.5-174.5
Fórmula molecular	$[Al_2(OH)_nCl_{6-n}]_m$
Punto de fusión	No hay información
Soluble en agua	Soluble

Calle 59 No. 35ª - 88 Bogotá - Colombia
 PBX: 571-3157382
www.comercialfox.com

ANEXO C FICHA TÉCNICA POLIACRILAMIDA CATIONICA

kemira
Water is the connection

Hoja de Datos Técnicos

KemSep[®] 1146 Poliacrilamida seca (DPAM), catiónica

KemSep 1146 es un floculante catiónico con un elevado peso molecular, que es altamente eficaz para el acondicionamiento de sólidos en las operaciones de deshidratación y que contribuye a los procesos de clarificación del agua en diferentes industrias. KemSep 1146 muestra un rendimiento excepcional en las separaciones de sólidos y líquidos en una amplia gama de condiciones.

Aplicación

KemSep 1146 puede ser beneficioso en cualquier proceso de separación de sólidos y líquidos. Se recomienda especialmente para las siguientes tareas:

- Ayuda en la coagulación
- Flotación por aire disuelto a presión
- Filtración
- Sedimentación por gravedad
- Deshidratación mecánica
- Fósforo

Ventajas

- Producto seco que minimiza los requisitos de almacenamiento
- Económico por su eficacia en niveles de dosificación bajos
- Alta eficacia en la eliminación de sólidos
- Eficacia en una amplia gama de pH, sin alterar el pH del sistema
- Eliminación o reducción del uso de sales inorgánicas
- Gran estabilidad de almacenamiento
- Alta velocidad de sedimentación

PROPIEDADES DEL PRODUCTO

Características	Polvo granular de color blanco roto
Grado de carga	10 %
pH (solución al 5 %)	3,0 – 5,0 a 25 °C/77 °F
Densidad aparente	750 ± 50
Viscosidad	A 25°C/77 °F
- 0,10 %	80 cps
- 0,25 %	200 cps
- 0,50 %	400 cps
- 1,00 %	800 cps

Productos

Consulte la Hoja de Datos de Seguridad de los Materiales de Kemira para obtener datos completos sobre medioambiente, seguridad e higiene antes de manejar este material.

Entrega

KemSep 1146 está disponible en sacos resistentes a la humedad de 25 y 750 kg.

Almacenamiento

Las soluciones no son más corrosivas que el agua, y los materiales de construcción recomendados incluyen tubos de acero inoxidable, fibra de vidrio, plástico, cristal o revestidos de epoxi. No utilice hierro, cobre o aluminio. El polímero derramado es muy resbaladizo y se debe recoger antes de echar agua. La vida útil de este producto es de 24 meses cuando se almacena en envases cerrados y en una atmósfera seca, a temperaturas que no superen los 40 °C/104 °F.

Kemira Oyj
Porkkalankatu 3
P.O. Box 330
FI-00101 Helsinki, Finlandia
www.kemira.com

Europa, Oriente Medio y África
Tel. +358 10 8611
América del Norte
Tel. +1 770 436 1542

Sudamérica
Tel. +55 11 2189 4900
Asia-Pacífico
Tel. +86 21 3367 8333

kemira
Water is the connection

ANEXO D FICHA TÉCNICA ZEOLITA CLINOPTILOLITA



DV-005 Version 3

FICHA TECNICA Y DE SEGURIDAD			
Fabricante:	TERKIM S.A.S		
Dirección:	Calle 70 C N° 56B- 40		
Ciudad:	Bogota - Colombia		
Email Ventas:	info@terkim.com.co		
Email Tecnico:	tecnico@terkim.com.co		
Elaboró:	Ing. Química LCN / Dirección técnica	Teléfono de información:	(091)-240- 6858

SALUD

4. Mortal
3. Tóxico
2. Nocivo
1. Ligeramente nocivo
0. Inofensivo

INCENDIO

4. Extremadamente inflamable
3. Inflamable
2. Combustible
1. Combustible si se calienta
0. No es inflamable

REACTIVIDAD

4. Puede detonar
3. Puede detonar por choque
2. Cambio químico violento
1. Inestable si se calienta
0. Estable




RIESGO ESPECIFICO

OX Oxidante
ACID Acido
ALK Alcalino
W No use agua

SECCIÓN V. MEDIDAS EN CASO DE INCENDIO	
METODO DE EXTINCION	No aplica, producto no inflamable.
PROCEDIMIENTO ESPECIAL DE EXTINCION:	No aplica
RIESGO INUSUALES DE INCENDIO Y EXPLOSION:	El producto no se quema ni apoya la combustión.

SECCIÓN VI. MEDIDAS EN CASO DE VERTIDO ACCIDENTAL	
PRECAUCIONES INMEDIATAS	
recoger el material derramado	
MÉTODO DE MITIGACION	
Recoger el material derramado y lavar la zona de derrame	
MÉTODO DE DISPOSICIÓN	
Disponga los residuos contenidos por arenas y/o materiales absorbentes en bolsas plásticas rotuladas.	
Entregue los residuos a la empresa de aseo de su localidad informando su contenido	
Enjuagar los residuos de la zona afectada con abundante agua.	

SECCIÓN VII. MANEJO Y ALMACENAMIENTO	
MANEJO	Evite el contacto directo con la piel y los ojos. Para cualquier actividad de manipulación debe usarse el equipo de protección personal indicado en la Sección VIII. En caso de contacto aplicar las medidas de primeros auxilios de la Sección IV.
ALMACENAMIENTO	Mantener identificados y cerrados los envases o recipientes. Usar áreas ventiladas. No manipular cerca de materiales incompatibles Sección X. No almacenar en lugares donde se presente exesos de humedad.

SECCIÓN VIII. CONTROLES DE EXPOSICIÓN Y PROTECCIÓN PERSONAL												
8.1 CONTROLES DE INGENIERIA					8.2 EQUIPO DE PROTECCIÓN PERSONAL							
VENTILACION	SI	<input checked="" type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input checked="" type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input checked="" type="radio"/>
DUCHAS	SI	<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>
LAVAOJOS	SI	<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>
TIEMPOS DE EXPOSICION	SI	<input type="radio"/>	NO	<input checked="" type="radio"/>		<input checked="" type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>
ASLAMIENTO OPERACIONAL	SI	<input type="radio"/>	NO	<input checked="" type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>		<input type="radio"/>	NO	<input type="radio"/>
OTROS	Overol y botas cuando estén incluidos dentro de la ropa de trabajo reglamentaria de cada empresa. Protección respiratoria para prevenir inhalación de polvos genera molestias.											

SECCIÓN IX. PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS					
APARIENCIA	Granulado	COLOR	Grisaceo	OLOR	Inodoro
pH (100%)	7.5	DENSIDAD	1.1 g/cm3	SOLUBILIDAD	No soluble en agua
INFLAMABILIDAD	No aplica	PTO. INFLAMACION	no aplica		
OTROS	100% Biodegradable				

SECCIÓN X. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD	
ESTABILIDAD QUÍMICA	Estable bajo durante 36 meses bajo condiciones de almacenamiento recomendadas en Sección VII.
INCOMPATIBILIDAD Y REACTIVIDAD	No aplica
PRODUCTOS DESCOMPOSICIÓN	
PELIGROSA	No Aplica
POLIMERIZACIÓN PELIGROSA	No ocurre

SECCIÓN XI. INFORMACIÓN TOXICOLOGIA (EFECTOS AGUDOS)
No disponible

SECCION XII. INFORMACION ECOLOGICA
Quando se vierte al suelo puede infiltrarse y usarse como sustrato para remediacion del suelo

SECCIÓN XIII. CONSIDERACIÓN DE DISPOSICIÓN

SECCIÓN XIV. INFORMACIÓN SOBRE TRANSPORTE
Evitar presencia de humedad

SECCIÓN XV. INFORMACIÓN REGLAMENTARIA

SECCION XVI. INFORMACION ADICIONAL

La información contenida en este documento la suministra TERKIM S.A.S de buena fe basada en la información suministrada por nuestros proveedores de materia prima, la asesoría de nuestra ARP y los conocimientos y consultas bibliográficas del personal técnico. Queda entendido por lo tanto, que dicha información no configura garantía tácita o explícita siendo del usuario la responsabilidad por el manejo de la misma.

Ultima revisión: Mayo 2009
Departamento de Producción
Ing. Química AAS.

ANEXO E FICHA TÉCNICA FLOCULADOR E&Q F4-300



FLOCULADORES Digitales



Características

Equipo diseñado para desarrollar la "prueba de jarras" en la dosificación de productos químicos requeridos en el proceso de floculación, a fin de optimizar los resultados del tratamiento en plantas de aguas potables, industriales o de desecho. Es un equipo de agitación de múltiples paletas, de velocidad variable, entre 10 a 300 rpm, con visualización digital de las revoluciones de agitación. Actúa simultáneamente en idénticas condiciones sobre todas las muestras. El módulo control de velocidad digital de alta precisión y uniformidad en la velocidad de rotación

de las paletas, está ubicado en el centro superior del sistema de agitación, incluye el motor, el control digital de la velocidad y el display. El Transiluminador facilita la visualización del proceso de floculación, contiene una lámpara fluorescente, cubierta en acril opal. Los modelos F4-300T y F6-300T cuentan con un temporizador digital ubicado en el sistema de agitación, puede programar de 0 a 99 segundos, minutos u horas para habilitar o deshabilitar el floculador en los tiempos programados.

Incluye

Paletas de agitación en acero inoxidable con accesorios sujetadores, 6, 4 o 2 unidades según el modelo. Una llave Bristol
Dos (2) fusibles de 5A, dos (2) fusibles de 3A
Cable de poder
Manual de instrucciones
Certificado de calibración del fabricante
Carta de garantía

Accesorios opcionales

Vasos redondos de 1 o 2 Lts en vidrio.
Vasos cuadrados de 2 Lts en acril con o sin llave.



Modelo	F2-300	F4-300	F4-300-T	F6-300	F6-300-T
Tiempo parada programable	No	No	Si	No	Si
Tiempo encendido programable	No	No	Si	No	Si
Rango de tiempo programable (hora)	N/A	N/A	0'1" - 99'59"	N/A	0'1" - 99'59"
Capacidad (Vasos de 1 o 2 Lts)	2	4	4	6	6
Medidas sistema de agitación (LxAnxAl)	34x26x42,5	68x26x42	68x26x42	101x26x42	101x26x42
Medidas transiluminador (LxAnxAl) (cm)	34x25x8,5	68x21x9,6	68x21x9,6	101x21x9,6	101x21x9,6
Medidas paletas (LxAnxAl) (cm)	----- 7,2x2,5x30,5 -----				
Uniformidad promedio (rpm)	----- ±2 -----				
Resolución (rpm)	----- 1 -----				
Sensibilidad de control (rpm)	----- ±0,2 -----				
Rango (rpm)	----- 10 - 300 -----				
Frecuencia (Hz)	----- 50/60 -----				
Potencia (W)	260			270	
Potencia motor (HP)	----- 1/3 -----				
Potencia lámpara (W)	8	20		30	
Voltaje (V.A.C)	----- 110 - 115 -----				

*Especificaciones sujetas a cambio sin previo aviso. Garantía de un año contra posibles defectos de fabricación. Mantenimiento y asistencia técnica permanente. Bogotá, Colombia.

Otros equipos

Ablandadores, agitadores horizontales, agitadores orbitales, baños secos, baños de aceite, baños de agua, baños de refrigeración, baños serológicos, bombas de vacío, desionizadores, filtros de agua, floculadores, garrafas dispensadoras de agua, hornos, incubadoras portátiles, incubadoras de agitación orbital, incubadoras de cultivo, incubadoras de digestibilidad por pepsina, incubadoras DBO, kjeldahl, mantas de calentamiento, muflas, osmosis reversa, planchas de calentamiento, planchas de calentamiento con agitación, soxhlet, suavizadores, termo-reactores para DQO, turbidímetro, unidad de refrigeración.



Reactivos, Equipos, Vidriería e implementos para laboratorio.
Tel: (E71) 3000480 - 4202544 - 5523040
Cel: 301 4529237 - 313 2938918
ventas3@elementosquimicos.com.co
www.elementosquimicos.com.co
Carrera 43 A # 21-22
Bogotá, Colombia

ANEXO F

FICHA TÉCNICA BOMBA DOSIFICADORA HANNA

Las **Bombas dosificadoras BL** son unidades fáciles de utilizar a precios asequibles.

El caudal puede ajustarse hasta el 100% de su capacidad total. La cabeza de la bomba, las válvulas y el mando de caudal están situadas en la parte frontal de la bomba para una mayor comodidad y fácil acceso.

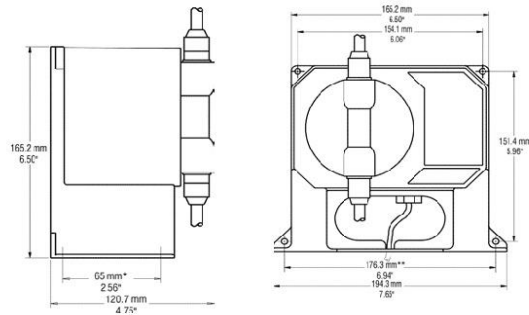
Las bombas son ligeras y pueden montarse en una pared o panel así como sobre un tanque, estante o piso.

Para una mayor durabilidad, las bombas BL utilizan únicamente los reconocidos materiales Kynar® y Teflón® para aquellas partes que están en contacto con productos químicos agresivos. La circuitería del interior de la bomba está completamente sellada contra humedad y condensación para prolongar su vida.

Existe una gran elección entre diferentes bombas BL con caudales de 1,5 a 18 litros por hora (0,4 a 4,8 g/h) a diferentes presiones.

Con una carcasa de polipropileno de fibra reforzada que proporciona una excelente protección IP 65 y la fiabilidad comprobada de las series Blackstone, las **bombas BL** son la elección perfecta para aplicaciones con un caudal conocido.

Dimensiones



Especificaciones

	BOMBAS BL/U	BOMBAS BL/D
CAUDAL	Ajustable de 0 a 100% de la capacidad máxima	
CONDICIONES DE TRABAJO	0 a 50°C (32 a 122°F); max. 95% RH sin condensación	
AUTO-CEBADO	Altura máxima de cebado 1,5 m (5')	
CONEXIONES	Tubo de polietileno 5x8 mm, conexión inyección tubo 3/8" gas (incluido)	
MAX POTENCIA ABSORBIDA	Aprox. 200W	
PROTECCIÓN	IP 65	
ALIMENTACIÓN	110/115V, 50/60 Hz	220/240V, 50/60 Hz
DIMENSIONES	194x165x121 mm (7,6x6,5x4,8")	
PESO	Aprox. 3 Kg (6,6 lb.)	

MODELO	CAUDAL		PRESIÓN		
	l/h	g/h	bar	psi	impulsos/min
Diafragma grande					
BL 20	18,3	4,8	0,5	7,3	120
BL 15	15,2	4,0	1	14,5	120
BL 10	10,8	2,9	3	43,5	120
BL 7	7,6	2,0	3	43,5	120
Diafragma pequeño					
BL 5	5,0	1,3	7	101,5	120
BL 3	2,9	0,8	8	116	120
BL 1.5	1,5	0,4	13	188,5	120

Referencias

BL 1.5/D	Bomba dosificadora, 1,5 l/h (0,4 g/h), 220/240V
BL 3/D	Bomba dosificadora, 2,9 l/h (0,8 g/h), 220/240V
BL 5/D	Bomba dosificadora, 5,0 l/h (1,3 g/h), 220/240V
BL 7/D	Bomba dosificadora, 7,6 l/h (2,0 g/h), 220/240V
BL 10/D	Bomba dosificadora, 10,8 l/h (2,9 g/h), 220/240V
BL 15/D	Bomba dosificadora, 15,2 l/h (4,0 g/h), 220/240V
BL 20/D	Bomba dosificadora, 18,3 l/h (4,8 g/h), 220/240V

Todos los modelos se suministran con válvulas de succión y descarga incorporadas y 7 metros (23') de tubo de polietileno.

ANEXO G FICHA TÉCNICA SULFATO DE MANGANESO



HOJA DE DATOS DE SEGURIDAD

Nombre del Producto: **SULFATO DE MANGANESO**

Fecha de Revisión: Agosto 2014. Revisión N°3



NFPA

SECCION 1 : IDENTIFICACION DEL PRODUCTO Y DE LA COMPAÑÍA

PRODUCTO

Nombre Químico: SULFATO DE MANGANESO – $MnSO_4 \cdot H_2O$

Número CAS: 10034-96-5

Sinónimos: Sal Inorgánica

COMPAÑÍA: GTM

Teléfonos de Emergencia

México : +55 5831 7905 – SETIQ 01 800 00 214 00

Guatemala: +502 6628 5858

El Salvador: +503 2251 7700

Honduras: +504 2540 2520

Nicaragua: +505 2269 0361 – Toxicología MINSA: +505 22897395

Costa Rica: +506 2537 0010 – Emergencias 9-1-1. Centro Intoxicaciones +506 2223-1028

Panamá: +507 512 6182 – Emergencias 9-1-1

Colombia: +018000 916012 Cisproquim / (571) 2 88 60 12 (Bogotá)

Perú: +511 614 65 00

Ecuador: +593 2382 6250 – Emergencias (ECU) 9-1-1

Argentina +54 115 031 1774

SECCION 2 : COMPOSICION / INFORMACION SOBRE LOS INGREDIENTES

SULFATO DE MANGANESO

CAS: 10034-96-5

98-100%

SECCION 3 : IDENTIFICACION DE PELIGROS

Clasificación ONU: No regulado

Clasificación NFPA: Salud: 1 Inflamabilidad: 0 Reactividad: 0

Naturaleza del Peligro:	Irritación por contacto
Peligros para el Hombre:	Irritación de ojos, piel, nariz y Vías respiratorias
Peligros Medioambientales:	Ligeramente polucionante para el agua (WGK=1)
Efectos para la Salud:	Irritación de mucosas y piel
Síntomas:	Irritación de la piel, picor en la nariz y los ojos, lagrimeo, estornudos.

SECCION 4 : MEDIDAS DE PRIMEROS AUXILIOS

Contacto Ocular:	Lave inmediatamente los ojos con abundante agua al menos durante 15 minutos, separando los párpados para garantizar que el agua lave minuciosamente toda la superficie. En caso de que persista la irritación buscar atención médica.
Contacto Dérmico:	Lave la piel con abundante agua mientras retira la ropa y zapatos contaminados. Lavar la ropa contaminada antes de volver a usarla. Lavar la zona afectada con abundante agua fría. Acudir al médico si persiste la irritación.
Inhalación:	Trasladar a la víctima al aire fresco. Acudir al médico si se presentan problemas respiratorios.
Ingestión:	Beber abundante agua, provocar el vómito y acudir al rápidamente al médico indicando el producto ingerido.

SECCION 5 : MEDIDAS PARA EXTINCION DE INCENDIOS

Riesgos Especiales:	No es explosivo ni inflamable.
Medios de Extinción:	Agua pulverizada

SECCION 6: MEDIDAS PARA FUGAS ACCIDENTALES

Precauciones para las Personas:	Mantener al personal no protegido fuera de la zona afectada. Las personas que manipulen el vertido deben llevar indumentaria de protección.
Precauciones Ambientales:	Evitar que el producto derramando entre en las alcantarillas, locales cerrados o Bias de agua.
Métodos de Actuación:	Señalizar la zona de derrame. Recoger el producto derramado en envases adecuados. Eliminar según indique la legislación vigente. Lavar la zona con agua.

SECCION 7: MANEJO Y ALMACENAMIENTO

Manipulación: Disponer de medios para eliminar un posible derrame. Evitar respirar el polvo. Prevenir el contacto con la piel y los ojos. Lávese cuidadosamente después de la manipulación. Quítese la ropa contaminada y lávela antes de volver a usarla.

El manejo se llevara a cabo en lugares bien ventilados o al aire libre. Reducir al mínima generación de polvo. Mantener una buena limpieza en el lugar de trabajo y una buena higiene personal. Instruir al personal sobre los riesgos del producto. No fumar, beber, ni comer durante su manipulación. Asegúrese de que los envases a utilizar son los adecuados y están limpios.

Almacenamiento: Almacenar en tanques o almacenes frescos, secos y bien ventilados.

SECCION 8: CONTROLES DE EXPOSICION Y PROTECCION PERSONAL

Límites de Exposición: TLV/TWA: 5 mg Mn/m³ de aire

Efectos de la Exposición: Irritación de piel y mucosas

Medidas de protección: **Ojos:** Gafas protectoras

Manos: Guantes de plástico

Vías respiratorias: Mascarilla respiratoria con filtros antipolvo. Si existe una sobreexposición, utilizar respiradores para polvo/vapor o con suministro de aire.

Piel: Las habituales

Especiales: Duchas de seguridad y lavajojos.

Medidas de Ventilación: Sistemas de ventilación para eliminar el polvo.

SECCION 9: PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS

Punto de Fusión: 117°C

Punto de Ebullición: No aplicable

Temperatura de Descomposición Térmica: 117°C

Peso Molecular: 169.02

Solubilidad: Soluble en agua (762 g/l a 20°C)

Color: Blanco o blanco rosáceo

SECCION 10 : ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

Estabilidad química: Estable bajo condiciones ordinarias de uso y almacenamiento.

Polimerización: No ocurrirá

SECCION 11 : INFORMACION TOXICOLOGICA

Tipo de Toxicidad:	No tóxico
Principales Peligros:	Ojos: Irritación (escozor, enrojecimiento, lagrimeo) Piel: Irritación leve Inhalación: Irritación de las Vías respiratorias
Otra Información:	Carcinogénico, teratogénico, mutagénico, sensibilización: No aplicables.

SECCION 12 : INFORMACION ECOLOGICA

Movilidad:	Muy soluble en agua
Persistencia de Acumulación:	No hay datos disponibles
Otros Posibles Efectos Sobre el medio Ambiente:	Manteniendo las condiciones adecuadas de manejo no se deben esperar problemas ecológicos.

SECCION 13 : CONSIDERACIONES SOBRE DISPOSICION

Tratamientos de residuos:	Tratar según legislación vigente
Eliminación de envases:	Lavar y descartar según legislación vigente

SECCION 14 : INFORMACION SOBRE TRANSPORTE

No regulado

SECCION 15 : INFORMACION REGLAMENTARIA

Esta hoja de seguridad cumple con la normativa legal de:

México: NOM-018-ST5-2000

Guatemala: Código de Trabajo, decreto 1441

Honduras: Acuerdo Ejecutivo No. ST55-053-04

Costa Rica: Decreto N° 28113-S

Panamá: Resolución #124, 20 de marzo de 2001

Colombia: NTC 445 22 de Julio de 1998

Ecuador: NTE INEN 2 266:200

SECCION 16 : INFORMACION ADICIONAL

La información indicada en ésta Hoja de Seguridad fue recopilada y respaldada con la información suministrada en las Hojas de Seguridad de los proveedores. La información relacionada con este producto puede ser no válida si éste es usado en combinación con otros materiales o en otros procesos. Es responsabilidad del usuario la interpretación y aplicación de esta información para su uso particular. La información contenida aquí se ofrece solamente como guía para la manipulación de este material específico y ha sido elaborada de buena fe por personal técnico. Esta no es intencionada como completa, incluso la manera y condiciones de uso y de manipulación pueden implicar otras consideraciones adicionales.

CONTROL DE REVISIONES Y CAMBIOS DE VERSIÓN:

Agosto 2014. Se actualizan las secciones 1, 15 y 16.

ANEXO H

FICHA TÉCNICA ESPECTROFOTÓMETRO HACH DR-2700

Especificaciones de funcionamiento	
Modo operativo	Transmitancia (%), absorbancia y concentración
Fuente de luz	Lámpara de (filamento de) tungsteno en atmósfera gaseosa (visible)
Rango de longitud de onda	400–900 nm
Precisión de longitud de onda	± 1.5 nm
Reproducibilidad de longitud de onda	< 0.1 nm
Resolución de longitud de onda	1 nm
Calibración de longitud de onda	Automática
Selección de longitud de onda	Automática, mediante selección de un método
Ancho de banda espectral	< 8 nm
Rango de medida fotométrico	± 3.0 Abs en el rango de longitud de onda 400–900 nm
Precisión fotométrica	5 mAbs a 0.0–0.5 Abs 1% a 0.50–2.0 Abs
Linealidad fotométrica	< 0.5%–2 Abs < = 1% a > 2 Abs con vidrio neutro a 546 nm
Luz difusa	< 0,1% T a 500 nm con filtro OG570/3
Almacenamiento de datos	500 valores medidos (resultado, fecha, hora, ID de la muestra, ID del usuario)
Programas del usuario	50
Especificaciones físicas y ambientales	
Anchura	220 mm (8.6 pulgadas)
Altura	135 mm (5.3 pulgadas)
Profundidad	330 mm (12.9 pulgadas)
Peso	4.06 kg (8.95 lbs) sin batería 4.38 kg (9.66 lbs) con batería
Condiciones de funcionamiento	10–40 °C (50–104 °F), 80% humedad relativa máxima (sin condensación)
Condiciones de almacenamiento	–40–60 °C (–40–140 °F), 80% humedad relativa máxima (sin condensación)
Especificaciones técnicas adicionales	
Conexión a la red	15 VDC / 30VA Cargador: (100–240 V/50–60 Hz) Batería, recargable de litio, 11.1 V, 4.4 Ah
Interfaces	Utilice únicamente cable blindado de una longitud máx. de 3 m. 1 x USB tipo A 1 x USB tipo B
Estanco al agua según	IP 41 con la tapa cerrada IP 42 con la cubierta protectora colocada en su sitio
Clase de protección	Clase de protección II

ANEXO I
NTC- 3903 AGUA, PROCEDIMIENTO PARA EL MÉTODO DE JARRAS EN LA
COAGULACIÓN – FLOCULACIÓN DEL AGUA

**NORMA TÉCNICA
COLOMBIANA**

**NTC
3903**

1996-07-24

GESTIÓN AMBIENTAL.
AGUA. PROCEDIMIENTO PARA EL MÉTODO DE
JARRAS EN LA COAGULACIÓN-FLOCULACIÓN
DEL AGUA



E: ENVIRONMENTAL MANAGEMENT. WATER. STANDARD
PRACTICE FOR COAGULATION-FLOCULATION JAR TEST
OF WATER

CORRESPONDENCIA: esta norma es equivalente (EQV) a la
ASTM D 2035-90

DESCRIPTORES: gestión ambiental; método de ensayo;
coagulación; floculación del agua.

I.C.S.: 13.060.040

Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)
Apartado 14237 Bogotá, D.C. - Tel. 6078888 - Fax 2221435

Prohibida su reproducción

Editada 2001-08-11

**GESTIÓN AMBIENTAL.
AGUA. PROCEDIMIENTO PARA EL MÉTODO DE JARRAS
EN LA COAGULACIÓN. FLOCULACIÓN DEL AGUA**

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece un procedimiento general para la evaluación de un tratamiento encaminado a reducir el material disuelto, en suspensión, coloidal y no sedimentable del agua mediante coagulación-floculación química, seguida por sedimentación mediante la gravedad. El procedimiento se puede usar para evaluar el color, la turbidez y la reducción de la dureza.

1.2 La norma suministra una evaluación sistemática de las variables que se encuentran normalmente en el proceso de coagulación-floculación.

1.3 En esta norma no se propone considerar los problemas de seguridad relacionados con su utilización. El usuario de esta norma es responsable de establecer procedimientos apropiados de seguridad y salud, y determinar la aplicabilidad de limitaciones reguladoras antes de usarla.

2. DOCUMENTOS REFERENCIADOS

2.1 NORMAS ASTM

ASTM D 1129: Terminology Relating to Water.

ASTM D 1192: Specification for Equipment for Sampling Water and Steam.

ASTM D 1193: Specification for Reagent Water.

ASTM D 1293: Test Methods for pH of Water.

ASTM D 1889: Test Method for Turbidity of Water.

ASTM D 3370: Practices for Sampling Water.

3. TERMINOLOGÍA

3.1 DEFINICIONES

Consúltense en la norma ASTM D 1129 las definiciones de los términos usados en esta norma.

4. RESUMEN DEL PROCEDIMIENTO

4.1 El ensayo de coagulación - floculación se efectúa para determinar los productos químicos, las dosificaciones, y las condiciones requeridas para lograr resultados óptimos. Entre las variables principales por investigar utilizando el procedimiento recomendado están:

4.1.1 Aditivos químicos

4.1.2 pH.

4.1.3 Temperatura, y

4.1.4 Orden de adición y condiciones de mezcla.

5. IMPORTANCIA Y USO

5.1 Este procedimiento permite la evaluación de diversos coagulantes y ayudas coagulantes utilizadas en el tratamiento de agua y agua de desecho, para la misma agua y para las mismas condiciones experimentales.

5.2 Mediante este procedimiento también se pueden evaluar los efectos de la concentración de los coagulantes y de las ayudas coagulantes así como su orden de adición.

Adicionalmente, la información obtenida con la realización de los ensayos, se pueden usar tanto en el diseño de plantas de tratamiento de aguas como en su operación.

6. INTERFERENCIAS

6.1 Hay algunas interferencias posibles que pueden dificultar la determinación de las condiciones óptimas en el ensayo de jarras. Algunas de estas interferencias son:

6.1.1 Cambio de temperatura (durante el ensayo)

Se pueden presentar corrientes térmicas o de convección que impidan la sedimentación de las partículas coaguladas. Esto se puede evitar mediante el control de la temperatura.

6.1.2 Liberación de gas (durante el ensayo)

Se puede presentar flotación de los flóculos coagulados, debido a la formación de burbujas de gas causadas por el agitador mecánico, el incremento de temperatura o la reacción química.

6.1.3 Período de ensayo

La actividad biológica u otros factores pueden alterar las características de coagulación del agua en el depósito prolongado. Por esta razón el período entre el muestreo y el ensayo se debe mantener a un mínimo y registrar el tiempo respectivo.

7. APARATO

7.1 AGITADOR MÚLTIPLE

Se debe usar un agitador de posición múltiple con variación continua de la velocidad desde aproximadamente 20 rpm hasta 150 rpm (con un tacómetro). Las paletas de agitación deben ser todas de la misma configuración y tamaño, hechas de material de calibre ligero resistente a la corrosión. Es útil una base iluminada para observar la formación de los flóculos. Se deben tomar medidas de precaución para evitar que el sistema de iluminación difunda calor que pueda contrarrestar la sedimentación normal.

7.2 JARRAS (O VASOS DE PRECIPITADO)

Todos deben ser del mismo tamaño y forma; se pueden usar vasos de precipitado de *Griffin* de 1 500 ml (como tamaño mínimo se recomienda 1 000 ml), de material adecuado (vidrio).

7.3 SOPORTES DE REACTIVOS

Constituyen un medio de introducir cada solución de ensayo a todas las jarras simultáneamente. Para cada solución o suspensión de ensayo debe haber al menos un soporte. Los soportes deben ser similares al que se ilustra en la Figura 1.

8. REACTIVOS

8.1 PUREZA DE LOS REACTIVOS

En todos los ensayos se deben usar productos químicos de grado reactivo. Salvo que se indique de otra manera. El propósito es que todos los reactivos se amolden a las especificaciones del Comité sobre Reactivos Analíticos de la Sociedad Química Estadounidense, en los casos en que se disponga de tales especificaciones. Se pueden usar otros grados, siempre que previamente se establezca que el reactivo es de pureza suficientemente amplia para poder usarla sin disminuir la precisión de la determinación.

8.2 PUREZA DEL AGUA

Salvo que se indique de otro modo, se debe sobreentender que la referencia al agua para la preparación del reactivo significa agua reactiva de tipo 4 amoldada a la norma ASTM D1193.

8.3 Los siguientes aditivos y productos químicos son típicos de los que se usan para soluciones y suspensiones de ensayo. Los últimos, con la excepción de las ayudas de coagulantes, se pueden preparar diariamente mezclando productos químicos con agua a una concentración de 10 ($\pm 0,1$) g/l (1,0 ml de la solución o suspensión de ensayo cuando se agrega a 1 l de la muestra es equivalente a 10 mg/l):

Coagulantes principales

Alumina [Al₂(SO₄)₃•18 H₂O]

Sulfato férrico

Cloruro férrico

Sulfato ferroso

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 3903

Carbonato de magnesio

Aluminato de sodio

Ayudas coagulantes

Sílice activado

Aniónicos

Catiónicos

Polímero no iónico

} Polielectrolitos

Agentes oxidantes

Cloro

Dióxido de cloro

Permanganato de potasio

Hipoclorito de calcio

Hipoclorito de sodio

Álcalis

Carbonato de calcio

Cal dolomítica

(58 % CaO, 40 % MgO)

Cal hidratada

Óxido de magnesio

Carbonato de sodio

Hidróxido de sodio

Agentes de pesaje (rellenos)

Bentonita

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 3903

Caolín

Otras arcillas y minerales

Misceláneos

Carbón activado (en polvo)

8.4 AYUDAS COAGULANTES

En el comercio existen numerosas ayudas coagulantes o polielectrolitos. Todos los polielectrolitos se clasifican como aniónicos, catiónicos o no iónicos, dependiendo de su composición. Estas ayudas pueden tener la capacidad de producir flóculos grandes, ásperos y que sedimentan fácilmente cuando se usan solos o en conjunto con coagulantes inorgánicos. Una dosificación pequeña (por debajo de 1 mg/l) puede permitir una reducción en la dosificación del coagulante o su completa eliminación. En el último caso, el polielectrolito se consideraría coagulante principal más que ayuda coagulante. Las ayudas vienen en polvo y en forma líquida. Las ayudas en polvo se deben preparar como soluciones al 0,1 % con partes alícuotas apropiadas para suministrar la dosificación adecuada. Las ayudas en polvo siempre se agregan al agua en disolución en vez de hacer lo opuesto, y se agrega lentamente a la parte saliente de un vórtice creado por agitación. Si no se forma un vórtice, el polvo seco simplemente se juntará sobre la superficie del agua en masas pegajosas y éstas se volverán muy difíciles de disolver. El tiempo de disolución puede variar entre varios minutos y varias horas. Se deben seguir los procedimientos sugeridos por los fabricantes para humedecer, disolver y almacenar cuando se disponga de tales procedimientos. Se pueden preparar fácilmente formas líquidas con la firmeza anterior.

Nota. Es importante que se evalúe la calidad de los coagulantes o en su defecto se demuestre la confiabilidad de los proveedores de los mismos.

9. TOMA DE MUESTRAS

9.1 Se recoge la muestra de agua sometida a ensayo de acuerdo con las normas aplicables de especificación ASTM D1192 y práctica ASTM D3370.

El sistema de toma de muestra debe garantizar que de cada vaso, la muestra se obtenga a la misma profundidad y permita extraer la muestra bajo las mismas condiciones.

10. PROCEDIMIENTO

10.1 Se miden volúmenes iguales (1 000 ml) de muestra en cada una de las jarras o vasos de precipitado de Griffin de 1 500 ml. Se pueden usar tantas porciones de muestra como posiciones haya en el agitador múltiple. Los vasos de precipitado se ubican de tal modo que las paletas queden descentradas, pero separadas de la pared del vaso de precipitado en aproximadamente 6,4 mm (1/4 de pulgada). Se registra la temperatura de la muestra al comienzo del ensayo.

Nota. En el caso del agua cruda debe hacerse un análisis que incluya la temperatura, el color, la turbidez, el pH, la alcalinidad, el hierro, la conductividad y cualquier otro parámetro de interés en la investigación.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 3903

10.2 Se cargan los productos químicos de ensayo en los soportes de los reactivos. Para cada serie de adiciones de productos químicos se utiliza un soporte. Se llena cada tubo del soporte con agua hasta un volumen final de 10 ml antes de usar. Puede haber una situación en que se requiera un volumen mayor de reactivo. En caso de que esta situación predomine, se llenan todos los tubos con agua hasta un volumen igual al mayor volumen de reactivo en el soporte de dicho reactivo. Cuando se agreguen mezclas líquidas, puede ser necesario agitar el soporte para producir un movimiento en torbellino inmediatamente antes de transferir.

10.3 Se comienza con el agitador múltiple operando a la velocidad de "mezcla instantánea" de aproximadamente 120 rpm. Se agrega la solución o las suspensiones de ensayo a niveles de dosis y secuencia predeterminadas. Se mezcla instantáneamente durante aproximadamente 1 min después de las adiciones de productos químicos. Se registra el tiempo de mezcla instantánea y la velocidad (rpm).

10.4 Se reduce la velocidad según sea necesario hasta el mínimo requerido para mantener en suspensión uniforme las partículas de flóculos a lo largo del período de mezcla instantánea. Se mezcla en forma lenta durante 20 min. Se registra el tiempo transcurrido para la primera formación visible de flóculos. Cada 5 min (durante el período de mezcla lenta), se registra el tamaño relativo de los flóculos y la velocidad del mezclador (rpm). Si se usan ayudas coagulantes, la velocidad del mezclado es crítica porque la agitación excesiva tiende a romper la primera formación de flóculos y se puede redispersar la ayuda.

10.5 Después del período de mezcla lenta, se retiran las paletas y se observa la sedimentación de las partículas de flóculos. Se registra el tiempo requerido para que el volumen de las partículas se sedimente. En la mayoría de los casos este tiempo será el requerido para que las partículas se sedimenten en el fondo del vaso de precipitación; sin embargo, en algunos casos puede haber interferencia de corrientes de convección. Si es así, el tiempo de sedimentación registrado debe ser aquel al cual las partículas no sedimentadas o residuales parezcan estar moviéndose en forma igual hacia arriba y hacia abajo.

10.6 Después de 15 min de sedimentación, se registra la aparición de flóculos en el fondo del vaso de precipitación. Se registra la temperatura de la muestra. Mediante una pipeta o un sifón, se saca de la jarra un volumen adecuado de muestra del caldo que sobrenada, en un punto situado a la mitad de la profundidad de la muestra, para efectuar los análisis requeridos de color, turbidez, pH y otros, determinados de acuerdo con las normas ASTM D 1889 y ASTM D 1293. Se incluye una forma sugerida para registrar los resultados (véase la Figura 2).

Nota. Se deben incluir ensayos para los productos químicos residuales, por ejemplo, aluminio; Al_2O_3 residual; sulfato de cobre; Fe_2O_3 residual; etc.

10.7 Se repiten los pasos 10.1 a 10.6 hasta que se hayan evaluado todas las variables pertinentes.

10.8 Los tiempos dados en los numerales 10.3, 10.4 y 10.6 son datos que dependerán de las condiciones del ensayo por lo que éstos están solo sugeridos.

10.9 Para la determinación de la eficiencia de los ayudantes de coagulación se puede seguir el siguiente procedimiento:

- Se realiza una prueba de Jarras en la cual en primer lugar se trabajará con una dosis óptima de coagulante obtenida, seleccionando un ayudante de coagulación, al cual se le ensayarán diferentes dosis comprendidas entre 0,1 y 1 mg/l en cinco de los seis vasos. El vaso al cual no se le adiciona polielectrolito sirve de referencia para comparar con los demás.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 3903

- Seguidamente, se repite el ensayo con dosis de coagulantes menores a las empleadas como dosis óptimas y se le adiciona polielectrolito en cantidades variables o en cantidad igual a la que dio el mejor resultado, pero variando la dosis de coagulante.

11. REPRODUCIBILIDAD

11.1 Se reconoce que la reproducibilidad de los resultados es importante. Para demostrar la reproducibilidad, se sugiere el así llamado procedimiento 3 y 3. En este procedimiento, se tratan simultáneamente conjuntos duplicados de 3 jarras cada uno, con las mismas dosificaciones químicas en las jarras 1 y 4, 2 y 5, y 3 y 6.

DOCUMENTO DE REFERENCIA

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Practice for Coagulation-Flocculation Jar Test of Water. Filadelfia: 1990, 4 P. (ASTM, D 2035, 1990).

ANEXO J

NTC 5667-1 DIRECTRICES PARA EL DISEÑO DE PROGRAMAS DE MUESTREO

NORMA TÉCNICA
COLOMBIANA

NTC-ISO
5667-1

1995-05-10

GESTIÓN AMBIENTAL. CALIDAD DEL AGUA.
MUESTREO. DIRECTRICES PARA EL DISEÑO DE PROGRAMAS DE MUESTREO

E: ENVIRONMENTAL MANAGEMENT. WATER QUALITY. SAMPLING. GUIDANCE ON
THE DESIGN OF SAMPLING PROGRAMMES

CORRESPONDENCIA: esta norma es idéntica a la ISO 5667/1

DESCRIPTORES: gestión ambiental, agua, muestreo, control
estadístico.

I.C.S.: 13.060.01

Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)
Apartado 14237 Santafé de Bogotá, D.C. - Tel. 3150377 - Fax 2221435

Prohibida su reproducción

**GESTIÓN AMBIENTAL. CALIDAD DEL AGUA.
MUESTREO. DIRECTRICES PARA EL DISEÑO
DE PROGRAMAS DE MUESTREO****0. INTRODUCCIÓN**

Esta es la primera de un grupo de normas previstas para ser usadas en conjunto. Las normas NTC-ISO 5667/2 y NTC-ISO 5667/3 tratan respectivamente con técnicas de muestreo y con la preservación y el manejo de muestras. La terminología general utilizada está de acuerdo con la establecida en la norma ISO/TC 147, Calidad del agua, y más particularmente, con la terminología sobre muestreo dada en la NTC 3650-2 (ISO 6107/2).

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma establece los principios generales que se deben aplicar en el diseño de programas de muestreo para los propósitos del control de calidad, la caracterización de la calidad, y la identificación de las fuentes de contaminación del agua, incluyendo los sedimentos y los lodos. En normas posteriores se darán instrucciones detalladas para situaciones de muestreo específicas.

2. NORMAS QUE DEBEN CONSULTARSE

Las siguientes normas contienen disposiciones que, mediante la referencia dentro de este texto, constituyen la integridad del mismo. En el momento de su publicación eran válidas las ediciones indicadas. Todas las normas están sujetas a actualización; los participantes, mediante acuerdos basados en esta norma, deben investigar la posibilidad de aplicar la última versión de las normas mencionadas a continuación.

NTC-ISO 5667/2: 1995 Gestión Ambiental. Calidad de agua. Muestreo. Parte 2. Guía general para las técnicas de muestreo.

NTC-ISO 5667/3: 1995, Gestión Ambiental. Calidad de agua. Muestreo. Parte 3. Guía general para la conservación y manejo de muestras.

NTC 3650-1: 1998, Gestión Ambiental. Calidad de agua. Vocabulario. Parte 1 (ISO 6107/1).

NTC 3650-2: 1999, Gestión Ambiental. Calidad de agua. Vocabulario. Parte 2 (ISO 6107/2).

ISO 2662 Statistical Interpretation of Test Results. Estimation of the Mean. Confidence Interval.

ISO 3534 Statistics. Vocabulary and Symbols.

SECCIÓN UNO: DEFINICIÓN DE OBJETIVOS**3. INTRODUCCIÓN**

El propósito de esta sección es destacar los factores más importantes que se deben considerar al diseñar un programa de muestreo en relación con el agua, los sedimentos y los lodos. En secciones posteriores se da información más detallada. Las muestras se recogen y se examinan primordialmente para determinar los parámetros relacionados de índole física, química, biológica y radiológica.

Siempre que se deba caracterizar un volumen de agua, sedimentos o lodos, suele ser imposible examinar todo el sistema y entonces es necesario tomar muestras. Las muestras recolectadas deben ser representativas del sistema por caracterizar, y se deben tomar todas las precauciones para garantizar que, en cuanto sea posible, las muestras no sufran ningún cambio en el intervalo entre el muestreo y el análisis. El muestreo de sistemas de fase múltiple, tales como agua que contenga sólidos en suspensión o líquidos orgánicos que no se mezclan, puede presentar problemas especiales.

Antes de diseñar cualquier programa de muestreo es muy importante establecer los objetivos, puesto que son los factores principales al determinar la posición de los sitios de muestreo, la frecuencia, la duración, los procedimientos del muestreo, el tratamiento posterior de las muestras, y los requisitos analíticos. También se debe dedicar alguna consideración al grado de detalle y a la precisión que sean adecuados, y a la manera como se han de expresar y presentar los resultados, por ejemplo concentraciones de lodos, valores máximos y mínimos, promedios aritméticos, valores medianos, etc. Adicionalmente, se debe compilar una lista de parámetros de interés y se deben consultar los procedimientos analíticos pertinentes, pues éstos generalmente darán orientación acerca de las precauciones que se han de observar durante el muestreo y el manejo posterior. (En las partes 2 y 3 respectivamente de esta norma se da orientación general sobre los últimos aspectos).

Es necesario efectuar una visita previa para verificar los puntos de muestreo, recopilar información preliminar e información secundaria, definir los procedimientos y efectuar el muestreo preliminar y un programa de análisis antes de que se definan los objetivos finales. Es importante tener en cuenta todos los datos pertinentes procedentes de los programas anteriores en localizaciones iguales o semejantes y cualquier otra información sobre las condiciones locales. También puede ser valiosa la experiencia personal anterior. El tiempo y el dinero asignados al diseño de un programa adecuado de muestreo generalmente se justifican si se tiene seguridad de que la información requerida se pueda obtener en forma eficiente y económica.

Se pueden distinguir tres objetivos principales como sigue (en el numeral 15 se pueden ver los detalles):

- a) Monitoreo del control de calidad usados por la administración local correspondiente, para decidir cuándo se requieren correcciones del proceso a corto plazo.
- b) Monitoreo de la caracterización de la calidad usado para indicar la calidad como parte de un proyecto de investigación, para propósitos de control a largo plazo, o para indicar tendencias a largo plazo.
- c) Identificación de las fuentes de contaminación.

El propósito del programa puede cambiar de la caracterización de la calidad al control de calidad, y viceversa. Por ejemplo, un programa a plazo más largo para la caracterización del nitrato se puede convertir en un programa de control de calidad a corto plazo, que requiera mayor frecuencia del muestreo a medida que la concentración del nitrato se aproxime a un valor crítico.

4. REQUISITOS

Sin pretender enumerar todas las razones específicas para las que se requiere muestreo y programas de análisis, esas razones se pueden agrupar como sigue:

4.1 REQUISITOS GENERALES

Establecer el orden de los niveles de concentración o las cargas de los parámetros específicos en posiciones seleccionadas (por ejemplo en la superficie de un cuerpo de agua o dentro de ésta) o, con sedimentos, para obtener una indicación visual de su naturaleza.

4.2 REQUISITOS ESPECÍFICOS

Establecer en detalle los niveles de concentración o las distribuciones de las cargas de parámetros físicos o químicos y de especies biológicas de interés en todo cuerpo de agua o en parte de la misma. Generalmente, esto se asociará a un estudio de los cambios en relación con el tiempo, las tasas de flujo, las condiciones de operación de las plantas, las condiciones del clima, etc.

Estas razones para el muestreo se pueden subdividir adicionalmente en objetivos más específicos, tales como los siguientes:

- a) Determinar la conveniencia del agua para un uso propuesto y, si es necesario, evaluar cualquier requisito de tratamiento o de control; por ejemplo, examinar el agua de pozos en cuanto a enfriamiento, alimentación de calderas o propósitos de control, o, si se trata de una fuente natural, como posible fuente de agua potable.
- b) Estudiar el efecto de las descargas de aguas residuales, incluyendo los escapes accidentales, sobre el cuerpo receptor de agua. Aparte de contribuir a la carga de contaminación, tales descargas pueden producir otras reacciones tales como precipitación química o generación de gases.
- c) Evaluar el funcionamiento y el control de las partes de agua, las plantas de tratamiento de aguas residuales y los efluentes industriales; por ejemplo, evaluar las variaciones y los cambios a largo plazo en la carga que entra en trabajos de tratamiento; determinar la eficiencia de cada etapa en un proceso de tratamiento; suministrar evidencia de la calidad de agua tratada; controlar la concentración de sustancias tratadas, incluyendo aquellas que pueden constituir un peligro para la salud o que pueden impedir un proceso bacteriológico; controlar sustancias que puedan deteriorar las instalaciones de la planta o el equipo.
- d) Estudiar los efectos de los flujos de agua dulce y de agua salina en condiciones de estuario, con el propósito de suministrar información sobre patrones de mezcla y estratificación asociada, con variaciones en las mareas y en los flujos de agua dulce.
- e) Identificar y cuantificar los productos perdidos en procesos industriales. Esta información se requiere cuando se han de evaluar los balances de productos en la planta y cuando se han de medir las descargas de efluentes.
- f) Establecer la calidad del agua de caldera, el condensado de vapor y cualquier otra agua recuperada. Esto permite evaluar la conveniencia del agua para un propósito previsto.
- g) Controlar la operación de sistemas industriales de agua de enfriamiento. Esto permite optimizar el uso de agua y, al mismo tiempo, minimizar los problemas relacionados con corrosión e incrustación.
- h) Estudiar los efectos de los contaminantes atmosféricos en la calidad del agua de lluvia. Esto suministra información útil sobre la calidad del aire y también indica si hay posibilidad de que surjan problemas; por ejemplo, en contactos eléctricos expuestos.
- i) Evaluar el efecto de las entradas procedentes de la tierra, sobre la calidad del agua. Puede haber contribuciones de materiales que existen en forma natural, o puede haber contaminación generada por fertilizantes, plaguicidas y productos químicos utilizados en la agricultura, o ambas cosas.
- j) Evaluar el efecto de la acumulación y la liberación de sustancias por los depósitos del fondo, en la biota acuática existente en la masa acuática o en los mismos sedimentos.

- m) Estudiar cómo se afectan los cursos naturales de agua por causa de la separación, la regulación de los ríos y la transferencia de un río a otro. Por ejemplo, en la regulación de los ríos puede haber proporciones variables de aguas de calidad diferente, y entonces la calidad de la mezcla resultante puede fluctuar.
- n) Evaluar los cambios en la calidad del agua que ocurren en los sistemas de distribución. Estos cambios pueden ocurrir por diversas razones; por ejemplo contaminación, introducción de agua procedente de una nueva fuente, crecimientos biológicos, depósitos de escala o disolución de metales.
- p) Determinar y monitorear la dinámica hidrológica de los sistemas naturales y artificiales.
- q) Estudiar la ecología acuática.
- r) Identificación y/o actualización de las líneas base en los estudios ambientales. Entendiendo como línea base, las condiciones existentes en la zona antes de la ejecución de un proyecto.

En algunas ocasiones, las condiciones pueden ser suficientemente estables para obtener la información requerida a partir de un programa sencillo de muestreo, pero en la mayoría de las localizaciones las características de la calidad están sujetas a variaciones continuas e, idealmente, la evaluación también debería ser continua. Sin embargo, a menudo esto es muy costoso y en muchas situaciones es imposible de lograr. Al considerar programas de muestreo, se deben tener en cuenta las consideraciones especiales que se incluyen en el numeral 5.

5. CONSIDERACIONES ESPECIALES EN RELACIÓN CON LA VARIABILIDAD

5.1 Los programas de muestreo pueden ser complejos en situaciones en las cuales ocurren variaciones amplias y rápidas en las concentraciones de los factores determinantes que interesan. Estas variaciones pueden ser ocasionadas por factores tales como los cambios extremos en la temperatura, los patrones de flujo o las condiciones de operación de la planta. Se debe evitar el muestreo en las fronteras de los sistemas o cerca de éstas, salvo que las condiciones sean de interés especial.

5.2 Inclusive cuando los cambios en la concentración son lentos y no muy marcados, la evaluación de un área grande de desagüe, tal como una cuenca de río, es un ejercicio complejo.

5.3 Se debe tener cuidado de eliminar o minimizar cualquier cambio en la concentración de los factores determinantes que interesan, y que pueda ser originado por el mismo proceso de muestreo, y asegurarse de que se eviten o se minimicen los cambios durante el período entre el muestreo y el análisis.

5.4 Las muestras compuestas dan la mejor indicación de la composición promedio a lo largo de un período de tiempo, siempre que el factor determinante sea estable durante el período entre el muestreo y el examen, pero esas muestras son de poco valor en la determinación de las condiciones pico transitorias.

SECCIÓN DOS: IDENTIFICACIÓN DE SITUACIONES DE MUESTREO

6. INTRODUCCIÓN

En esta sección se tratan las diversas situaciones que se pueden encontrar en la práctica del muestreo y el grado en que estas situaciones inciden en la selección de un sitio de muestreo. Se llama la atención hacia las precauciones de seguridad necesarias en diversas situaciones que, en vista de su importancia y de su carácter general, se plantean en el numeral 7.

7. PRECAUCIONES GENERALES DE SEGURIDAD

7.1 La amplia diversidad de condiciones que se encuentran al efectuar el muestreo de aguas y de sedimentos, puede someter al personal a una variedad de riesgos para la seguridad y la salud. Aparte del peligro de lesiones físicas, se deben tomar precauciones para evitar la inhalación de gases tóxicos y la ingestión de materiales tóxicos por la nariz y a través de la piel.

El personal responsable de diseñar programas de muestreo y de efectuar operaciones de muestreo debe asegurarse de que se tengan en cuenta los requisitos de las regulaciones de seguridad pertinentes y de que el personal de muestreo esté informado de las precauciones necesarias que se deben tener en dichas operaciones.

Nota. Es posible que se necesite considerar el seguro contra accidentes.

A continuación se presentan situaciones más específicas.

7.2 Para garantizar la seguridad del personal y del equipo, se deben considerar las condiciones climáticas. Al tomar muestras en grandes masas de agua se deben usar chaquetas salvavidas y cuerdas salvavidas.

7.3 La estabilidad es una propiedad importante de cualquier bote utilizado para propósitos de muestreo. En todas las aguas se deben tomar precauciones en relación con los barcos comerciales y las embarcaciones de pesca; por ejemplo, se deben agitar banderas de señales correctas, para indicar la naturaleza del trabajo que se está haciendo.

7.4 Si es posible, se debe evitar el muestreo en sitios inseguros, tales como bancos de tierra inestables. Si esto no se puede evitar, la operación no la debe efectuar una sola persona sino un equipo de varias personas y utilizando precauciones adecuadas. Cuando sea apropiado, se debe recurrir al muestreo desde puentes.

7.5 El acceso razonable en todos los climas es importante y es esencial para el muestreo de rutina frecuente. En algunas situaciones, se deben considerar peligros naturales adicionales tales como follaje, animales y reptiles venenosos.

7.6 Si se instalan instrumentos u otros elementos de equipo en un banco ribereño, se deben evitar las situaciones susceptibles de inundación o vandalismo, tomando las precauciones adecuadas.

7.7 Durante el muestreo de agua surgen muchas otras situaciones, en las cuales se deben tomar precauciones especiales para evitar accidentes. Por ejemplo, algunos afluentes industriales pueden ser corrosivos o pueden contener materiales tóxicos o inflamables. Tampoco se deben pasar por alto los peligros relacionados con los desechos: éstos pueden ser gaseosos, microbiológicos, virológicos o zoológicos, tales como los procedentes de amibas o helmintos.

7.8 Cuando el personal tenga que entrar en atmósferas peligrosas, debe disponer de equipo de protección contra gases, aparatos de respiración, aparatos de resucitación y demás equipo de seguridad adecuado a las circunstancias. Además, antes de que el personal entre en espacios cerrados, se debe medir la concentración de oxígeno y de cualquier vapor o gas tóxico que pueda estar presente.

7.9 En el muestreo de vapor y descargas calientes es necesario tener cuidado especial y se deben aplicar técnicas reconocidas.

7.10 El manejo de muestras radioactivas requiere cuidado especial y se deben aplicar las técnicas especiales que se requieran.

7.11 El uso de equipo de muestreo operado eléctricamente en el agua o cerca de ella puede presentar peligros especiales de electrocución. Se deben planificar los procedimientos de trabajo, el diseño del sitio y el mantenimiento del equipo, de tal forma que se minimicen los riesgos.

8. CONSIDERACIONES ESPECIALES EN EL MUESTREO

8.1 DISEÑO DE PROGRAMAS DE MUESTREO

Dependiendo de los objetivos por alcanzar (véase el numeral 6), la red de muestreo puede tener cualquier forma desde un solo sitio hasta todo un desagüe de río. Una red básica de río puede comprender sitios de muestreo en el límite de la marea, tributarios principales en su confluencia, y descargas principales de afluentes de aguas residuales o industriales. Al diseñar redes de muestreo de calidad se acostumbra prever la medición del flujo en estaciones clave (véase la sección 4).

8.2 IDENTIFICACIÓN DE LA LOCALIZACIÓN DEL MUESTREO

La identificación de la localización del muestreo permite tomar muestras comparativas en otros momentos. En la mayoría de las situaciones de ríos, las localizaciones del muestreo se pueden fijar fácilmente mediante la referencia a características del banco ribereño.

En playas descubiertas de estuarios y costas, las localizaciones de muestreo análogamente se pueden relacionar con un objeto estático fácilmente reconocible. Para el muestreo desde un bote en estas situaciones, se deben utilizar métodos instrumentales para la identificación de la localización. Las referencias de mapas u otras formas estándar de referencia pueden ser muy valiosas.

8.3 CARÁCTER DEL FLUJO

Idealmente, las muestras se deben tomar en líquidos turbulentos, bien mezclados; si se trata de flujos por conductos, siempre que sea posible, se debe inducir la turbulencia. Esto no se aplica a la recolección de muestras para la determinación de gases disueltos y materiales volátiles, cuya concentración se puede alterar debido a la turbulencia inducida.

8.4 CAMBIO EN LAS CARACTERÍSTICAS DEL FLUJO CON EL PASO DEL TIEMPO

El flujo puede cambiar de paso por conducto a corriente turbulenta y viceversa. Puede ocurrir "flujo inverso" desde otras partes del sistema, lo cual puede producir contaminación en el punto de muestreo.

8.5 CAMBIO DE LA COMPOSICIÓN DEL LÍQUIDO CON EL PASO DEL TIEMPO

En algún momento se pueden presentar porciones "despaciosas" discretas de material; por ejemplo, contaminantes disueltos, sólidos, materiales volátiles o capas superficiales aceitosas.

8.6 MUESTREO EN TUBOS

Los líquidos se deben bombear a través de tubos de tamaño adecuado (por ejemplo, al muestrear líquidos heterogéneos, de conducto nominal mínimo de 25 mm) a velocidades lineales suficientemente altas para mantener las características de flujo turbulento. Se deben evitar los recorridos de tubo horizontal.

8.7 NATURALEZA DEL LÍQUIDO

El líquido puede ser corrosivo o abrasivo. Se debe considerar la resistencia a estas condiciones. Se debe tener en cuenta que el método más barato no es necesariamente usar equipo costoso químicamente resistente para muestreo a corto plazo si el equipo se puede reemplazar fácilmente y si la contaminación de la muestra por los productos de la corrosión no fuera importante.

8.8 CAMBIOS DE TEMPERATURA QUE OCURREN EN LOS SISTEMAS DE MUESTREO

La variación de la temperatura a lo largo de períodos largos o cortos, puede ocasionar cambios en la naturaleza de la muestra que pueden afectar el equipo usado para el muestreo.

8.9 MUESTREO PARA LA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN

Los sólidos se pueden distribuir en cualquier parte a través de la profundidad de un líquido. Se debe efectuar un mezclado adecuado, si es posible, manteniendo las condiciones de turbulencia. Idealmente, la velocidad lineal debe ser suficiente para inducir la turbulencia, y las muestras se deben tomar en condiciones isocinéticas (véase la NTC 3650-2 (ISO 6107/2)). Si esto no es posible, se debe tomar una muestra a través de una sección transversal completa del flujo. Se debe recordar que la distribución del tamaño de los sólidos en suspensión puede cambiar durante el tiempo necesario para completar el muestreo.

8.10 MUESTREO PARA EL CONTENIDO DE COMPUESTOS VOLÁTILES

El material del cual se deban tomar muestras debe ser bombeado con mínima fuerza de succión. Toda la tubería se debe mantener llena y la muestra se debe extraer de un tubo presurizado después de dejar que el material fluya y se deseché un poco, para garantizar que la muestra recogida sea representativa.

8.11 MEZCLAS DE AGUAS DE DENSIDADES DIFERENTES

Estas aguas pueden ocasionar la formación de capas en un flujo que pase por un conducto, por ejemplo la producción de una capa de agua caliente sobre agua fría o de agua dulce sobre agua salada.

8.12 LÍQUIDOS PELIGROSOS

Es necesario considerar la posibilidad de que pueda haber líquidos o gases tóxicos, o ambos, y la posible explosión de vapores explosivos.

8.13 EFECTO DE LAS CONDICIONES METEOROLÓGICAS

Los cambios en las condiciones meteorológicas pueden inducir variaciones marcadas en la calidad del agua; tales cambios se deben registrar y se deben tener en cuenta al interpretar los resultados.

9. SITUACIONES INDIVIDUALES DE MUESTREO. AGUAS NATURALES

9.1 PRECIPITACIÓN

Cuando se recojan muestras de precipitación para análisis químicos, el sitio de muestreo se debe seleccionar de tal modo que se evite la contaminación por materias extrañas, por ejemplo, polvo, fertilizantes, plaguicidas, etc. El aparato de muestreo se debe colocar preferiblemente en una lona.

Si la muestra es congelada o consta de nieve o granizo, el embudo preferiblemente se debe mantener caliente, por ejemplo, mediante un elemento eléctrico de calefacción. En los casos en que esto no sea posible, todo el aparato se debe retirar y deshelar a baja temperatura.

9.2 ESTUARIOS, AGUAS COSTERAS, MARES Y OCÉANOS

9.2.1 Grado y profundidad

Las fronteras del área bajo investigación se deben definir claramente y se debe considerar la relación del área con las áreas de agua adyacentes. La selección de los sitios y de las posiciones de muestreo debe tener en cuenta el hecho de que las corrientes de las mareas y su modificación por el viento, la densidad, la aspereza del fondo, la proximidad de la línea costera y las embarcaciones pueden todos producir perturbación considerable dentro del agua, y variación en la calidad del agua en el sitio designado para el muestreo. Además, el efecto sobre el muestreo de cualquier descarga local se debe considerar cuidadosamente.

9.2.2 Uso de botes

Los botes, cuando se utilicen, deben tener capacidad de alcanzar todas las posiciones de muestreo dentro de los límites de tiempo de la investigación en condiciones climáticas adecuadas.

9.2.3 Estratificación

Los gradientes pronunciados de concentración pueden estar relacionados con la estratificación térmica y así como con las comunidades biológicas también pueden estar estratificados.

9.3 RÍOS Y TORRENTES

9.3.1 Mezcla

Si en el punto de muestreo hay existencia significativa de torrentes o de estratificación, se debe recoger una serie de muestras transversas y profundas para determinar la naturaleza y el grado de la existencia de torrentes y de estratificación.

9.3.2 Selección de sitios

Los sitios se deben seleccionar de tal modo que proporcionen muestras representativas, de preferencia en donde haya probabilidad de que ocurran cambios marcados en la calidad o en donde haya usos importantes del río, en zonas de mezcla y en la parte de control que no esté afectada por una descarga; por ejemplo, confluencias, descargas importantes o absorciones. En general, se deben evitar los vertederos o las pequeñas descargas cuyo efecto sea solamente muy local.

En lo posible, los sitios se deben seleccionar en donde se disponga de datos relacionados con el flujo. Para la instalación de equipo de control del agua, frecuentemente se utilizan casetas de calibración del río.

Si el propósito del muestreo es controlar los efectos de una descarga, se debe efectuar muestreo río arriba y río abajo, pero se debe considerar con cuidado la mezcla del agua de descarga y de recibo y sus efectos sobre las muestras río abajo. El muestreo se debe extender por una distancia apropiada río abajo para evaluar los efectos sobre el río.

9.4 CANALES

En general, se aplican las consideraciones para los ríos y los torrentes, pero los siguientes factores exigen atención especial.

9.4.1 Flujo

La dirección del flujo puede ser cambiante. La tasa de flujo puede variar considerablemente y puede depender más de la magnitud del uso en navegación (es decir, el número de operaciones de puertos) que de las condiciones climáticas prevalentes.

9.4.2 Estratificación y torrentes

Estos tenderán a ser más pronunciados que en los ríos en las condiciones de quietud que se encuentran en los canales. El paso de botes puede tener un efecto muy marcado a corto plazo sobre la calidad del agua en un canal, especialmente en la concentración de sólidos en suspensión.

9.5 DEPÓSITOS Y LAGOS DE ALMACENAMIENTO

El muestreo se debe efectuar en todos los puntos de desagüe disponibles y en todas las profundidades de desagüe, además de las entradas. El cuerpo de agua puede ser térmicamente estratificado y entre las diferentes profundidades se pueden desarrollar diferencias de calidad muy significativas. Las investigaciones ecológicas pueden requerir un programa de muestreo más detallado; es posible que se requieran datos de flujo y datos meteorológicos.

En masas grandes de agua, generalmente es necesario efectuar el muestreo desde un bote.

9.6 AGUAS SUBTERRÁNEAS

9.6.1 Extracción de agua subterránea absorbida

Se requieren muestras para evaluar la conveniencia de determinada agua subterránea extraída para un uso en particular. Las muestras se pueden tomar en el punto de extracción, aunque estas muestras pueden no ser representativas de la calidad general del agua en el respectivo depósito acuífero.

9.6.2 Agua en un depósito acuífero

Cuando se efectúa muestreo para evaluar la calidad del agua contenida en un depósito acuífero, el pozo debe bombearse antes de efectuar el muestreo para así asegurarse de que se extrae agua nueva del depósito. Inclusive en estas circunstancias, es posible que el agua del depósito sea estratificada y que entonces se requiera muestreo adicional para evaluar el grado de estratificación. Siempre se debe registrar la profundidad por debajo del nivel del suelo a la cual se toma la muestra.

Los pozos cercanos a materiales susceptibles de corrosión, siempre deben bombearse completamente antes del muestreo, para así tener seguridad de que se eliminan del sistema todos los productos de corrosión acumulados.

En los casos en que se requieran muestras representativas de profundidades predeterminadas en el depósito acuífero, se deben utilizar tubos de muestreo para cada profundidad del agujero perforado, o agujeros separados para cada profundidad.

9.7 SEDIMENTOS EN RÍOS, ESTUARIOS Y EN EL MAR, EN LAGOS Y EN RESERVIORIOS

Se deben establecer patrones de muestreo para tener en cuenta las variaciones de composición en las direcciones vertical y horizontal. Es posible que se necesite obtener información en la profundidad de un depósito del fondo o en su composición a diferentes profundidades.

Muchos factores importantes en el muestreo de aguas, tales como el uso de botes, también se aplican al muestreo de depósitos del fondo. Los sustratos generalmente son heterogéneos y se debe tener cuidado especial para garantizar que se tome un número suficiente de muestras, con el fin de suministrar una evaluación representativa del parámetro o de los parámetros que se estén considerando.

9.8 AGUA POTABLE

9.8.1 Agua que se bombea para el suministro

El punto de muestreo se debe seleccionar de tal modo que se puedan controlar los agentes desinfectantes residuales antes de que ocurra cualquier pérdida pero después de que se terminen todas las reacciones; por ejemplo, el control del cloro residual después de que se termina la reacción del dióxido de azufre con exceso de cloro. También se requiere el muestreo para el examen bacteriológico de rutina, y se deben observar las precauciones adecuadas, incluyendo cualquier regulación nacional de seguridad.

El punto de muestreo usual es un grifo conectado directamente al bombeo principal. El grifo del bombeo no debe tener accesorios y debe ser adecuado para la esterilización mediante llama. El material del tubo de muestra se debe seleccionar cuidadosamente en relación con los requisitos del ensayo; por ejemplo, el tubo de cobre puede conducir a un incremento en la concentración de cobre en el agua y a una disminución en el conteo bacteriano. Para asegurarse de que la muestra es extraída directamente del grifo al recipiente, el recipiente de la muestra se debe colocar inmediatamente debajo del grifo pero sin conectarlo ni ponerlo en contacto directo con éste último.

9.8.2 Depósitos de servicio

Las muestras se deben tomar de un grifo ajustado a la tubería principal, tan cerca como sea posible del depósito. Muchos depósitos de servicio se diseñan de tal modo que se llenen y se vacíen a través de la misma tubería, y por lo tanto se necesita cuidado para garantizar que el depósito se esté vaciando al momento de tomar la muestra.

9.8.3 Agua en el sistema de distribución

Los grifos en las instalaciones de los consumidores constituyen los medios más satisfactorios para tomar muestras de agua del sistema de distribución general. Los dispositivos contra salpicaduras o similares se deben retirar antes de efectuar el muestreo; los grifos mezcladores no se recomiendan para efectuar el muestreo. Las muestras de extensiones del sistema de distribución principal generalmente se obtienen de hidrantes y aluviones (escorrentías superficiales). Una vez más, se requieren precauciones especiales en el muestreo para examen bacteriológico.

9.8.4 Lodos derivados del tratamiento del agua potable

Algunas plantas de tratamiento producen lodos de ablandamiento de caliza o lodos biológicos. La mayoría de los lodos producidos en el tratamiento del agua potable, sin embargo, son de hidróxido de aluminio o de hidróxido de hierro. Es posible que se necesite tomar las muestras dentro de tanques de coagulación o sedimentación a diferentes profundidades y también en tanques espesativos. A menudo es importante examinar las muestras de lodo con un mínimo de retraso y agitación, puesto que las características pueden cambiar significativamente en el término de minutos.

9.9 BALNEARIOS

En los balnearios naturales, el muestreo se debe efectuar como se hace para los depósitos de almacenamiento y los lagos (véase el numeral 9.5). En piscinas con sistemas de recirculación, las muestras se deben tomar en la entrada, la salida y en la masa del agua.

10. SITUACIONES DE MUESTREO EN LA INDUSTRIA

10.1 AGUA DE SUMINISTRO

El agua potable, el agua de ríos y el agua de pozos artesianos son generalmente de composición homogénea en cualquier momento dado, aunque pueden variar en su calidad con el paso del tiempo. El agua suele entrar en la fábrica a través de un sistema convencional de tuberías, y no surgen situaciones de muestreo especiales.

Si se dispone de suministros industriales no potables en forma separada, se necesita cuidado especial para garantizar que los diversos sistemas de distribución estén claramente identificados y que no haya incertidumbre en los puntos de muestreo. Para verificar que determinada agua es adecuada para propósitos de bebida, se debe disponer de instalaciones para el muestreo.

Si se requiere información sobre la calidad de la mezcla final de una mezcla de aguas, es necesario asegurarse de que antes del muestreo se haya efectuado una mezcla adecuada.

10.2 AGUAS DE SISTEMAS DE CALDERAS

10.2.1 Agua de una planta de tratamiento

En la etapa de diseño de la planta de tratamiento, se debe considerar cuidadosamente la localización de los puntos de muestreo, y generalmente es necesario incluir instalaciones para retirar las muestras en diversas etapas de tratamiento así como en la entrada y salida de los filtros. Cuando existan sólidos en suspensión, los conductos de la muestra se deben enjuagar completamente antes de tomar la muestra.

Se necesitan técnicas de muestreo especiales para evitar pérdidas al tomar muestras para la determinación de gases disueltos, por ejemplo oxígeno o dióxido de carbono. Si para la eliminación de dióxido de carbono se incluye una torre de desgasado, en el manejo posterior de la muestra se debe evitar la pérdida o la recogida de dióxido de carbono. Normalmente el tubo de muestra se debe introducir bien en la masa de agua para evitar las condiciones anómalas de la superficie.

10.2.2 Agua de alimentación de caldera y agua de caldera

El agua procedente de muchos puntos de muestreo en el circuito vapor/condensado/agua sólo contendrá concentraciones traza de las impurezas que interesan; por lo tanto, se debe tener cuidado especial para evitar la contaminación de las muestras en el intervalo entre el muestreo y el análisis.

Generalmente, los sistemas de muestreo deben ser contruidos de acero inoxidable y con suficiente integridad estructural para resistir las presiones de operación que puedan ser necesarias.

El agua alimentada a una caldera es a menudo una mezcla de agua tratada de alimentación de la caldera y condensado retornado; el punto de muestreo se debe localizar después de que haya habido mezcla adecuada. Si se tienen que tomar muestras del agua de alimentación de la caldera a temperatura y presión altas, a través de largos conductos de muestreo, por motivos de seguridad, es altamente deseable enfriar la muestra en el conducto de muestreo tan cerca como sea posible del punto de muestreo. Adicionalmente, ese enfriamiento evita errores debido a la pérdida de vapor de descarga y minimiza el riesgo de pérdida de oxígeno resultante por reacción en las paredes del conducto de muestreo o con dichas paredes.

Cuando se utilizan procesos físicos y químicos de desaireado, generalmente se requieren dos puntos de muestreo; uno para verificar la eficiencia del desaireado físico antes de agregar productos químicos, y otro para verificar la eficiencia total del desaireado.

Los puntos de muestreo se deben localizar sobre la caldera para así garantizar el muestreo representativo del agua de dicha caldera. Para algunos análisis, por ejemplo, para metales traza que pueden estar parcial o totalmente en forma de partículas, se deben usar sondas isocinéticas de muestreo.

10.2.3 Vapor y condensado del vapor

En la industria, es importante controlar la calidad del vapor y generalmente es necesario tomar muestras de los conductos de retorno del condensado de vapor, y del vapor bajo presión supercalentado o húmedo. Para el muestreo del vapor se deben usar sondas de muestreo isocinéticas en conjunto con un condensador enfriador adecuado hecho de acero inoxidable, y se debe tener cuidado especial para evitar la contaminación en el intervalo entre el muestreo y el análisis.

10.2.4 Agua de sistemas de enfriamiento

Hay tres tipos principales de sistema de enfriamiento:

- a) Evaporación abierta.
- b) Un solo paso (de libre paso).
- c) Circuito cerrado.

Generalmente, en sistemas de evaporación abiertos se toman muestras del agua de entrada (acoplada) y del agua circulante. Generalmente se suministra un punto de muestreo en el conducto de entrada; pero en el sistema de enfriamiento mismo, para obtener la información requerida puede ser necesario tomar muestras en varios puntos, por ejemplo en la entrada a la bomba de circulación, inmediatamente antes de la torre de enfriamiento si se ha utilizado un tratamiento biocida y posiblemente en el estanque de la torre de enfriamiento, si se está utilizando agua con un alto contenido de sólidos en suspensión. En lo posible, se deben usar sistemas de muestreo isocinéticos.

En los sistemas "de un solo paso" y de circuito cerrado generalmente se suministran puntos de muestreo, por ejemplo en la entrada y en la salida para un sistema "de un solo paso" y en un punto bajo en un sistema cerrado.

11. EFLUENTES COMERCIALES

11.1 SITIOS

El muestreo de efluentes industriales se debe considerar en relación con la naturaleza y la localización de cada efluente individual.

En general, los puntos de descarga de los efluentes industriales pueden ser descargas de tubos o conductos abiertos en localizaciones remotas en donde el acceso físico es difícil y no hay servicios disponibles. Alternativamente, los puntos de descarga pueden ser fácilmente accesibles dentro

de las instalaciones de la fábrica. A veces puede ser necesario tomar muestras desde bocas de entrada profundas y, en tales casos, se requiere equipo diseñado especialmente. Con muestreo de cajas compactas de inspección (manhole), por razones de seguridad es preferible que dicha caja de inspección se diseñe de tal modo que se pueda efectuar el muestreo sin entrar.

También se debe considerar la posibilidad de que la muestra contenga aguas residuales domésticas procedentes de la fábrica; en este caso, el sitio se debe seleccionar de tal modo que se excluyan tales desechos, si es necesario.

Si la descarga del efluente es a un lago o tanque de depósito, entonces la situación de muestreo viene a ser similar a la correspondiente a lagos.

11.2 NATURALEZA DEL EFLUENTE

En algunas situaciones industriales (por ejemplo descargas de plantas individuales antes de la dilución adicional), las concentraciones de ciertos constituyentes pueden presentar dificultades especiales que exijan una consideración en particular. Son ejemplos la presencia de aceite o grasa, elevada presencia de sólidos en suspensión, afluentes altamente ácidos y líquidos o gases inflamables.

Cuando los efluentes de una diversidad de procesos se descargan en una cañería principal, para obtener una muestra satisfactoria se requiere un mezclado adecuado.

11.3 AGUA INDUSTRIAL Y LODOS DE TRATAMIENTO DE EFLUENTES

En el tratamiento industrial de aguas se puede producir una amplia variedad de lodos químicos, por ejemplo los lodos pueden contener metales tóxicos o materiales radiactivos, y es posible que también se necesite tomar muestras de los lodos biológicos procedentes de las plantas de tratamiento de afluentes (véase el numeral 12.1.2). Al tomar muestras de esos lodos, se deben aplicar precauciones de seguridad adecuadas, incluyendo las regulaciones de seguridad nacional.

12. AGUAS RESIDUALES Y EFLUENTES DE AGUAS RESIDUALES

Se deben tomar muestras cuando en una planta de tratamiento entran aguas residuales y también después de diversas etapas de tratamiento, incluyendo las muestras del efluente tratado.

12.1 SELECCIÓN DE SITIOS DE MUESTREO

12.1.1 Efluentes líquidos

En cada etapa del proceso se debe seleccionar cuidadosamente el sitio del muestreo, particularmente en el caso de aguas residuales crudas, cuya composición puede presentar una variación considerable con el paso del tiempo. Es posible que las aguas residuales estén contenidas en alcantarillas de gran sección transversal y su composición puede variar con la profundidad y a través del diámetro de la alcantarilla. También puede haber un mezclado incompleto de aguas residuales procedentes de diferentes fuentes, y a tasas de flujo bajas el material en suspensión se puede sedimentar. Antes de seleccionar un sitio de muestreo, se debe efectuar un programa preliminar de muestreo para establecer estas variaciones y la localización del punto de muestreo de rutina se debe establecer a partir de la información obtenida. En muchos casos será necesario tomar dos o tres muestras de rutina en puntos diferentes y mezclar éstos para dar una muestra compuesta.

Del material flotante, tal como aceite o grasa, no se pueden tomar muestras representativas en forma rutinaria; en este caso, las muestras generalmente se deben tomar debajo de la superficie.

Las muestras de aguas residuales crudas a menudo se toman después de la selección preliminar y los procesos de pulverización para así evitar la inclusión accidental de partículas grandes en la muestra. Sin embargo, en los casos en que se usen muestreadores automáticos, éstos se puede situar más arriba de los procesos preliminares, siempre que en la entrada del muestreador se agregue un tamiz o un pequeño macerador con el fin de evitar los bloqueos.

Al seleccionar un sitio de muestreo para aguas residuales crudas en la planta de tratamiento, se debe considerar la inclusión de fluidos recirculados dentro de la planta. De preferencia, es posible que se necesiten dos muestras: una que incluya todos los fluidos que representen la carga total de la planta, y una que excluya los fluidos recirculados para dar una medida de la carga procedente de fuentes externas. Si no es factible la recolección de cualquiera de estas muestras, quizás sea posible calcular la composición de las aguas residuales mediante muestreo por separado y análisis de los fluidos.

12.1.2 Lodos de tratamiento de aguas residuales domiciliarias

En ciertos tanques puede ser necesario tomar muestras de los lodos, por ejemplo en tanques de sedimentación o en tanques de asimilación, en lagos, o en lechos de secado.

Si se han de tomar muestras de lodos primarios y asimilados, se puede experimentar considerable dificultad por la falta de homogeneidad y también por la presencia de partículas grandes.

Si el muestreo va a ser de una tubería, el conducto del muestreo debe tener al menos 50 mm de diámetro para así garantizar que la ocurrencia de bloqueos sea mínima, y las muestras se deben tomar a intervalos de tiempo frecuentes. Cuando el muestreo sea de tanques, lagos, o capas de secado, es posible que se necesite un gran número de muestras procedentes de diferentes profundidades y posiciones. Es posible que el acceso a los puntos de muestreo sea difícil y que se necesiten estructuras especiales.

En todas estas situaciones es deseable un enfoque estadístico para determinar la frecuencia del muestreo. En el numeral 16 se incluye un ejemplo de tal enfoque.

13. AGUAS RESIDUALES DE TORMENTAS Y VERTIENTE SUPERFICIAL

La descarga de tales aguas generalmente ocurre cuando los flujos en los cursos de agua que se reciben son altos, y la dilución disponible es grande. Sin embargo, por diversas razones, los sobreflujos residuales de tormentas pueden operar en otros momentos, y la vertiente de superficie se puede contaminar hasta tal grado que los sobreflujos puedan representar una amenaza seria para la calidad de una corriente de agua, inclusive bajo condiciones de flujo alto.

El muestreo de tales descargas presenta problemas especiales por su naturaleza intermitente y porque la calidad puede cambiar marcadamente a lo largo del período de la descarga. La calidad es peor en la primera llegada de la descarga como resultado de la lavada inicial de los vertederos y de las áreas impermeables. Los dispositivos automáticos de muestreo que recogen muestras a intervalos regulares y que comienzan a un flujo prescrito, ofrecen muchas ventajas. Este equipo se debe instalar en un estado permanente de alistamiento. En muchos casos será deseable el muestreo proporcional al flujo. La naturaleza, generalmente muy heterogénea de las aguas residuales de tormenta no maceradas o no asentadas ocasiona dificultades para obtener una muestra representativa y contribuye al bloqueo del equipo. Esta heterogeneidad se debe tener en cuenta al seleccionar las técnicas de muestreo y el equipo.

A lo largo del período de investigación se deben recoger datos pertinentes de la precipitación y de la temperatura del aire.

SECCIÓN TRES: TIEMPO Y FRECUENCIA DEL MUESTREO

14. INTRODUCCIÓN

La información generalmente se requiere a lo largo de un período de tiempo durante el cual la calidad del agua puede variar; así pues, las muestras se deben tomar en momentos que representen adecuadamente la calidad y las variaciones con esfuerzo mínimo. Este enfoque contrasta con la selección de la frecuencia de muestreo basada en consideraciones subjetivas o en la cantidad de esfuerzo disponible para el muestreo y el análisis. Estos dos últimos métodos pueden conducir a un muestreo totalmente inadecuado o a un muestreo innecesariamente frecuente.

15. TIPOS DE PROGRAMA DE MUESTREO

Existen tres tipos principales de programa. Estos se pueden describir como control de calidad, caracterización de la calidad, e identificación de las fuentes de contaminación (véase el numeral 3). Las mediciones hechas para propósitos de control de calidad se pueden usar para la caracterización de la calidad y viceversa.

15.1 PROGRAMAS DE CONTROL DE CALIDAD

Estos programas generalmente involucran el control de la concentración de uno o más factores determinantes dentro de límites definidos. Los resultados se requieren con el fin de decidir si se necesita acción inmediata. Por lo tanto, la frecuencia del muestreo se debe elegir de tal modo que haya más de una probabilidad aceptable de desviaciones importantes fuera de los límites de control, que ocurran entre mediciones sucesivas. Hay dos factores principales que fijan esta frecuencia:

- a) La magnitud y la duración de las desviaciones con respecto a las condiciones deseadas.
- b) Las probabilidades de que ocurran desviaciones respecto de las condiciones deseadas.

Aunque a menudo solo serán posibles definiciones aproximadas de estos factores, las estimaciones razonables permitirán deducir un valor de trabajo para la frecuencia de muestreo.

15.2 PROGRAMAS DE CARACTERIZACIÓN DE LA CALIDAD

Estos programas se proponen estimar uno o más parámetros estadísticos que caractericen la concentración o su variabilidad, o ambos, durante un período definido. Por ejemplo, la media aritmética o la mediana indican la tendencia central de los resultados, y la desviación estándar indica la variabilidad. Los resultados se pueden requerir como parte de una investigación de búsqueda, o para la caracterización de factores determinantes que en la actualidad no sea necesario controlar, o para propósitos de control a largo plazo.

15.3 PROGRAMAS PARA LA INVESTIGACIÓN DE CAUSAS DE CONTAMINACIÓN

Con estos programas se debe determinar cómo se caracterizan las descargas de contaminación cuyo origen sea desconocido. Tales programas generalmente se basan en que se conozca(n) la(s) naturaleza(s) de los contaminantes y la coincidencia del muestreo, y la periodicidad con la cual aparezca la contaminación.

Estos criterios exigen que el muestreo, en contraste con el efectuado para el control de calidad y para la caracterización de la calidad, se debe efectuar con una frecuencia bastante alta en relación con la frecuencia con la cual aparece la contaminación.

El establecimiento de la frecuencia puede ser muy útil.

16. CONSIDERACIONES ESTADÍSTICAS

16.1 ESTABLECIMIENTO DE PROGRAMAS DE MUESTREO

Los tiempos y las frecuencias del muestreo en cualquier programa, sólo se pueden decidir adecuadamente después de trabajo preliminar detallado, en el cual se necesita una alta frecuencia de muestreo para suministrar la información en cuanto a qué técnicas estadísticas se pueden aplicar. Si la calidad está sujeta a variaciones, bien sea aleatorias o sistemáticas, los valores obtenidos para los parámetros estadísticos, tales como la media aritmética, la desviación estándar, a lo más, son únicamente estimaciones de los parámetros verdaderos y generalmente difieren de éstos últimos.

En el caso de variaciones puramente aleatorias, las diferencias entre estas estimaciones y los valores verdaderos se pueden calcular en forma estadística; esas diferencias disminuyen a medida que el número de muestras aumenta. Una vez que se ha decidido la frecuencia del muestreo, los datos obtenidos se deben revisar con regularidad de tal modo que se puedan hacer los cambios según se requiera.

En los numerales 16.2 a 16.5 se presenta un ejemplo del enfoque anterior, utilizando un método estadístico aplicado a un parámetro estadístico, la media aritmética; se supone que se aplica la distribución normal. La terminología utilizada está de acuerdo con la norma ISO 3534 a la cual se debe hacer referencia para las definiciones de los términos utilizados.

Para un tratamiento completo del cálculo de la media aritmética en términos del intervalo de confianza, se debe hacer referencia a la norma ISO 2602.

16.2 INTERVALO DE CONFIANZA

En la práctica, el intervalo de confianza L de la media aritmética de n resultados, define el intervalo en el cual se encuentra la media aritmética verdadera a un nivel de confianza dado.

16.3 NIVEL DE CONFIANZA

El nivel de confianza es la probabilidad de que la media aritmética verdadera esté incluida dentro del intervalo de confianza L calculado. Un intervalo de confianza para el valor de la media aritmética \bar{X} de una concentración, calculado sobre la base de una muestra con n resultados, y a un nivel de confianza del 95 %, significa que hay 95 posibilidades entre 100 de que el intervalo contenga la media aritmética verdadera \bar{X} . Para el caso en que se tome efectivamente una gran serie de muestras, la frecuencia de los casos en los cuales el intervalo incluirá \bar{X} estará cerca del 95 %.

16.4 DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DE CONFIANZA Y DEL NÚMERO DE MUESTRAS

Para cierto número de resultados n , tomados al azar, las estimaciones de la media aritmética verdadera \bar{X} y la desviación estándar, σ , son la media aritmética, \bar{X} , y s respectivamente de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n X_i^2 - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n X_i \right)^2 \right]}$$

Donde x_i representa los valores individuales.

Cuando n es grande (véase el numeral 16.1), s difiere poco del valor verdadero σ , y el intervalo de confianza de \bar{X} , calculado a partir de algún número de resultados n , es $\bar{X} \pm K/s$, donde K tiene el valor dado en la siguiente tabla, dependiendo del nivel de confianza adoptado.

Nivel de confianza	99	98	95	90	80	68	50
K	2,58	2,33	1,96	1,64	1,28	1,00	0,67

Para estimar la media aritmética \bar{X} para un intervalo de confianza dado L en el nivel de confianza seleccionado, el número de muestras necesarias es $(2K\sigma/L)^2$. Esto es estrictamente cierto únicamente cuando se conoce σ . Cuando únicamente se dispone de una s estimada, se requerirán más muestras, aunque esto afectará muy poco al valor de K, si se basa en un número relativamente grande de muestras.

16.5 VARIACIONES ALEATORIAS Y SISTEMÁTICAS DE LA CALIDAD DEL AGUA

Las variaciones aleatorias comúnmente tienen una distribución normal o una distribución lognormal. Las variaciones sistemáticas pueden ser tendencias o variaciones cíclicas, y se pueden presentar combinaciones de las dos. La naturaleza de la variabilidad puede ser diferente para factores determinantes diferentes de la misma agua.

Si las variaciones aleatorias son dominantes, los tiempos de muestreo generalmente no son importantes estadísticamente, aunque sí pueden ser importantes para propósitos de control de calidad. Si ocurren variaciones cíclicas, los tiempos de muestreo son importantes, bien sea para cubrir todo el ciclo o para detectar concentraciones de interés máximas o mínimas. Los tiempos de muestreo deben ser espaciados en forma aproximadamente igual a lo largo de los periodos de tendencia. En cada una de las situaciones anteriores, el número de muestras debe ser regido en gran parte por las consideraciones estadísticas indicadas antes.

Si las variaciones cíclicas son inexistentes o pequeñas en comparación con las fluctuaciones aleatorias, el número de las muestras por tomar sólo tiene que ser lo bastante grande para cumplir la incertidumbre aceptable de la media aritmética de un factor determinante, a un nivel de confianza dado.

Por ejemplo, si se aplica la distribución normal, de acuerdo con lo anterior, el intervalo de confianza L de la media aritmética de n resultados, a un nivel de confianza seleccionado, está dado por la fórmula:

$$L = \frac{2K\sigma}{\sqrt{n}}$$

Donde σ es la desviación estándar de la distribución.

Si el intervalo de confianza requerido fuera el 10 % de la media aritmética, el nivel de confianza requerido del 95 %, y la desviación estándar el 20 % de la media aritmética, entonces:

$$10 = \frac{2 \times 1,96 \times 20}{\sqrt{n}}$$

y por consiguiente

$$\sqrt{n} = 7,84$$

y

$$n \approx 61$$

Esto indica una frecuencia de muestreo de 2 muestras por día, si el período de interés fuera 1 mes, o de entre 1 y 2 muestras por semana, si el período de interés fuera 1 año.

17. VARIABILIDAD ANORMAL

Es posible que se necesite incrementar la frecuencia del muestreo mientras persistan condiciones anormales, por ejemplo durante la puesta en marcha de una planta por procesos, durante las condiciones de inundación en un río, o en tiempos de florecimiento de algas. Al calcular las tendencias a largo plazo, los resultados obtenidos a partir de estas muestras sólo se usarán si se prevé una frecuencia incrementada.

18. DURACIÓN DE LA OCASIÓN DEL MUESTREO Y MUESTRAS COMPUESTAS

Si sólo interesa la calidad promedio durante un período, y siempre que el factor determinante sea estable, puede ser útil que la duración de la recolección de las muestras sea larga y, preferiblemente, igual al período que interesa. Este principio es similar al de la elaboración de muestras compuestas. Ambos enfoques reducen el trabajo analítico a expensas del conocimiento de las variaciones en la calidad.

SECCIÓN CUATRO: MEDICIONES DEL FLUJO Y SITUACIONES QUE JUSTIFICAN LAS MEDICIONES DEL FLUJO PARA PROPOSITOS DE CALIDAD DEL AGUA**19. INTRODUCCIÓN****19.1 GENERALIDADES**

El control de las aguas residuales y el tratamiento de los efluentes y la administración de la calidad de las aguas naturales, utilizando técnicas de modelado matemático, ha incrementado la importancia de los datos de flujo. Por ejemplo, sin mediciones de los flujos no se pueden evaluar las cargas de contaminación. En esta sección se indican los principios de flujos que se deben considerar al establecer un programa de muestreo. Sin embargo, puesto que el científico en examen de aguas generalmente no efectúa la medición del flujo, no se incluyen los detalles prácticos. Para éstos, se debe hacer referencia a las normas adecuadas elaboradas por el comité técnico TC 30 de ISO "Medición de flujo de fluidos en conductos cerrados", y por el comité técnico TC 113 de ISO "Medición de flujo de fluidos en canales abiertos".

Hay tres aspectos del flujo que es necesario medir, a saber,

- a) Dirección del flujo.
- b) Velocidad del flujo.
- c) Tasa de flujo.

19.2 DIRECCIÓN DE FLUJO

En la mayoría de los cursos de agua tierra adentro, el flujo es unidireccional y autoevidente, pero en canales navegables y en canales de drenaje esto no siempre es así y la dirección del flujo puede variar con el paso del tiempo. El conocer la dirección del flujo del agua subterránea en un depósito acuífero es de importancia primordial al evaluar las consecuencias de la contaminación acuífera y al seleccionar los sitios para las perforaciones de muestreo.

En procesos de tratamiento, el patrón de movimiento de aguas en los tanques afecta al mezclado de los contenidos y al estancamiento de la materia en suspensión, y se debe tener en cuenta para garantizar que se recojan muestras representativas.

En estuarios y en agua costera, a menudo es necesario medir la dirección del movimiento de agua como una parte esencial del programa de muestreo. Tanto la dirección como la velocidad pueden ser altamente variables, y dependen de las corrientes de las mareas modificadas por las condiciones meteorológicas y otros factores y condiciones.

19.3 VELOCIDAD DEL FLUJO

La velocidad de la corriente es importante:

- a) Para calcular la tasa de descarga (véase el numeral 9.1).
- b) Para calcular la velocidad promedio o el tiempo de recorrido, que para los propósitos de la calidad del agua es el tiempo requerido para que determinada masa de agua se mueva a través de una distancia dada.
- c) Para evaluar el efecto de la turbulencia y el mezclado de una masa de agua producidos por la velocidad.

19.4 CAUDAL DE DESCARGA

EL caudal de descarga es el volumen de líquido que pasa por un punto dado por unidad de tiempo. La información sobre la media aritmética y los caudales extremos de descarga es esencial para el diseño y la operación del afluente, agua residual, y plantas de tratamiento de aguas, y para fijar límites de calidad racionales en cuanto a la salvaguardia de los cursos de agua naturales.

20. JUSTIFICACIÓN EN CUANTO A LAS MEDICIONES DEL FLUJO EN EL CONTROL DE LA CALIDAD DEL AGUA**20.1 CARGAS DE LA PLANTA DE TRATAMIENTO**

Los datos de flujo son necesarios para evaluar la carga de contaminación impuesta sobre una planta de tratamiento. Es posible que esto haga necesario efectuar mediciones, en los puntos de descarga, a un sistema de aguas residuales, así como también en los trabajos mismos. Si el agua residual que se va a tratar varía en cantidad o en calidad con el paso del tiempo, para obtener una estimación confiable de la carga se necesita un registro de la descarga de flujo continuo. A menudo se elaboran muestras compuestas mediante la mezcla de muestras en relación con el flujo registrado al momento del muestreo. El costo del tratamiento de afluentes industriales descargados a los alcantarillados públicos es directamente proporcional tanto a la calidad como al volumen de los afluentes descargados.

20.2 EFECTOS DE DILUCIÓN

La descarga de sustancias peligrosas a los alcantarillados públicos debe ser controlada en tal forma que el personal, los alcantarillados y los procesos de tratamiento no se vean afectados adversamente, aunque al mismo tiempo se utilice plenamente la dilución afrontada. Análogamente,

al considerar los efectos probables de una descarga sobre un curso de agua natural, y los límites de calidad que es necesario imponerle, es necesario calcular el factor de dilución. En estas circunstancias, y cuando la dilución que ocasionen en el sistema otras aguas residuales sea mínima, los datos de descarga son muy valiosos.

20.3 CÁLCULOS DE FLUJO DE MASA

Los cálculos de flujo de masa se utilizan ampliamente para fijar los límites de aprobación para efectuar descargas y para evaluar los efectos sobre la calidad ocasionados por absorciones y aumentos del río. Tales cálculos son fundamentales para realizar modelos de la calidad en sistemas completos de ríos y estuarios, y frecuentemente se basan en datos típicos o promedios de la descarga de flujo. Las técnicas de modelado dinámico requieren datos del flujo continuo y cálculo de los valores de la frecuencia del flujo.

20.4 TRANSPORTE DE CONTAMINANTES Y TASAS DE RECUPERACIÓN

Si la concentración de un contaminante en una descarga varía con el tiempo, únicamente si se conoce la tasa de transporte del contaminante desde el punto de descarga, se podrá obtener una estimación confiable de la dispersión o degradación del contaminante. Por consiguiente, en un programa de muestreo para un río o estuario se debe procurar tomar muestras de la misma masa de agua a medida que avanza a lo largo del curso de agua.

Cuando un derramamiento accidental de un contaminante entra en un curso de agua, para evaluar los efectos de esa contaminación es de mucho valor conocer el tiempo requerido para que el contaminante llegue a los extractores corriente abajo.

20.5 FACTORES DETERMINANTES RELACIONADOS CON EL FLUJO

Se ha encontrado que, en determinadas circunstancias, las concentraciones de los factores determinantes de la calidad de cierta agua, tales como la dureza o el cloro temporales, están relacionadas con la tasa de flujo, generalmente a lo largo de un intervalo limitado. Si se dispone de registros adecuados, ligando las tasas de flujo con las concentraciones, se puede hacer una estimación de la calidad del agua en relación con estos factores determinantes a partir de sólo las mediciones de la tasa de flujo. Se deben hacer verificaciones a intervalos para establecer si las relaciones permanecen válidas.

20.6 AGUAS SUBTERRÁNEAS

Para evaluar en forma confiable los riesgos de contaminación para las fuentes de agua subterránea, y las tasas esperadas de recuperación a partir de ellas, se requiere conocer la dirección y la velocidad del movimiento del agua subterránea. Esta información se puede usar entonces para evitar la dificultad del costo de tomar muestras de aguas subterráneas para la evaluación de la contaminación.

21. MÉTODOS DISPONIBLES PARA LA MEDICIÓN DEL FLUJO

21.1 Las mediciones pueden ser discretas, tales como las que se hacen utilizando flotadores en un estuario o un medidor de lectura directa de la corriente en un río, o pueden ser continuas, tales como las que se hacen mediante la mayoría de los medidores del flujo de descarga.

21.2 La dirección y la velocidad se pueden medir utilizando:

- a) Dragas.
- b) Flotadores y barcos con redes rastreras.
- c) Trazas químicas (incluyendo tinturas).
- d) Trazadores microbiológicos.
- e) Trazadores radiactivos.

21.3 La velocidad también se puede medir utilizando:

- a) Medidores de la corriente, tipos de lectura directa y registro.
- b) Técnicas ultrasónicas.
- c) Técnicas electromagnéticas.
- d) Técnicas neumáticas.

21.4 La descarga se puede determinar utilizando:

- a) Mediciones de la velocidad, tales como las mencionadas en el numeral 21.3 efectuadas en un canal cuya área de sección transversal sea conocida.

- b) Medios mecánicos directos, tales como un balde basculador o un medidor estándar de agua.
- c) Medición del nivel de agua por encima de una restricción en el flujo, tal como una presa para canal de agua. El nivel se puede medir:
 - 1) Visualmente, por medio de un cuadro de calibración.
 - 2) Automáticamente, por medio de un flotador, cambios en la resistencia eléctrica, diferencial de presión, en forma fotográfica o acústica.
- d) Los siguientes medios en un tubo cerrado:
 - 1) Diferencias de presión a través de una tobera de venturi.
 - 2) Diferencias de presión a través de una placa de orificio.
 - 3) Tasa de bombeo, multiplicada por la duración del bombeo.
 - 4) Técnicas electromagnéticas, ultrasónicas y de otra índole.
- e) Calibrador de dilución, para medir en un sitio las descargas en los cursos de agua naturales.

DOCUMENTO DE REFERENCIA

Esta norma es idéntica a la INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Water Quality. Sampling. Part 1: Guidance on the Design of Sampling Programmes. Geneva, 1980, 16 pp. (ISO 5667/1, 1980).

ANEXO K
NTC 5667-3 DIRECTRICES PARA LA PRESERVACIÓN

**NORMA TÉCNICA
COLOMBIANA**

**NTC-ISO
5667-3**

2004-11-03

**CALIDAD DEL AGUA.
MUESTREO. PARTE 3: DIRECTRICES PARA LA
PRESERVACIÓN Y MANEJO DE LAS MUESTRAS**



E: WATER QUALITY – SAMPLING – PART 3: GUIDANCE ON
THE PRESERVATION AND HANDLING OF SAMPLES

CORRESPONDENCIA: esta norma es una adopción modificada
(MOD) de la norma ISO 5667-3:2003
Water Quality – Sampling – Part 3:
Guidance on the Preservation and
Handling of Samples

DESCRIPTORES: calidad del agua-muestreo; calidad
del agua-manejo de muestras; calidad
del agua-preservación de muestras.

I.C.S.: 13.060.01

Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)
Apartado 14237 Bogotá, D.C. - Tel. 6078888 - Fax 2221435

Prohibida su reproducción

Primera actualización
Editada 2004-11-12

**CALIDAD DEL AGUA.
MUESTREO. PARTE 3: DIRECTRICES PARA LA PRESERVACIÓN
Y MANEJO DE LAS MUESTRAS**

0. INTRODUCCIÓN

0.1 Esta Parte de la ISO 5667 se entiende que debe ser usada en conjunto con las normas ISO 5667-1 e ISO 5667-2, las cuales tratan del diseño de programas de muestreo y de las técnicas de muestreo respectivamente.

0.2 Esta norma es una adopción modificada (MOD) de la norma ISO 5667-3 a la que se ha incluido el Anexo C (Informativo) en donde se identifican las diferencias entre esta norma y el *Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater, 20 TH Edition. 1998 Section 1060*. Adicionalmente, en la Tabla 1, para el parámetro por estudiar: También se hicieron las modificaciones indicadas en el Anexo D (Informativo).

1. OBJETO

Esta norma suministra directrices generales sobre las precauciones que se deben tomar para preservar y transportar muestras de agua, con excepción de las muestras microbiológicas.

Estas directrices son adecuadas, en particular cuando una muestra (puntual o compuesta) no se puede analizar en el sitio y tiene que ser transportada para analizarla en el laboratorio.

2. REFERENCIA NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que, mediante su referencia dentro de este texto, constituyen disposiciones de esta norma. Para referencias fechadas, no se aplican enmiendas o revisiones de estas publicaciones. Sin embargo, se invita a las partes que realizan acuerdos con base en esta norma, a investigar la posibilidad de aplicar las ediciones más recientes de los documentos normativos indicados abajo. Para referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento normativo mencionado.

ISO 5667-1:1980, Water Quality – Sampling – Part 1: Guidance on the Design of Sampling Programmes. (NTC-ISO 5667-1)

ISO 5667-2:1991, Water Quality – Sampling – Part 2: Guidance on Sampling Techniques. (NTC-ISO 5667-2)

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

ISO 5667-14:1988, Water Quality – Sampling – Part 14: Guidance on the Quality Assurance of Environmental Water Sampling and Handling. (NTC-ISO 5667-14)

ISO 5667-16:1993, Water Quality – Sampling – Part 16: Guidance on the Bio Testing of Samples. (NTC-ISO 5667-16)

ISO Guide 34:2000, General Requirements for the Competence of Reference Material Procedures.

3. PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

3.1 CONSIDERACIONES GENERALES

Las aguas, en particular las aguas de superficie y las aguas residuales, son susceptibles de cambio como resultado de reacciones físicas, químicas o biológicas que pueden ocurrir entre el tiempo del muestreo y el análisis. La naturaleza y velocidad de estas reacciones son tales que, si no se toman las precauciones necesarias durante el muestreo, el transporte y el almacenamiento, para determinantes específicos, las concentraciones determinadas serán diferentes de las que existían en el momento del muestreo.

La extensión de estos cambios depende de la naturaleza química y biológica de la muestra, su temperatura, exposición a la luz, la naturaleza del recipiente en el que se encuentra, el tiempo entre el muestreo y el análisis, las condiciones a las cuales se ha sometido, por ejemplo, la agitación durante el transporte. Algunas causas más específicas de las variaciones son:

- Las bacterias, algas y otros organismos pueden consumir algunos componentes presentes en las muestras; también pueden modificar la naturaleza de los componentes para producir otros nuevos. Esta actividad biológica incide, por ejemplo, en el contenido de oxígeno disuelto, dióxido de carbono disuelto, compuestos de nitrógeno, fósforo y algunas veces silicio.
- Algunos compuestos se pueden oxidar por el oxígeno disuelto contenido en las muestras o por el oxígeno atmosférico [por ejemplo, compuestos orgánicos, hierro(II), sulfuros].
- Algunas sustancias [por ejemplo, carbonato de calcio o compuestos metálicos tales como $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$] se pueden precipitar. Adicionalmente, algunos componentes volátiles (por ejemplo: oxígeno, ácido cianhídrico, o mercurio), pueden escapar o entrar en la muestra directamente a través del plástico o si las tapas no están bien selladas. La conductividad, el pH, el contenido de dióxido de carbono, etc., se pueden modificar mediante el intercambio de dióxido de carbono con el aire.
- Los compuestos metálicos, disueltos o en estado coloidal, así como algunos compuestos orgánicos, pueden ser adsorbidos o absorbidos irreversiblemente sobre la superficie de los recipientes o los materiales sólidos contenidos en las muestras.
- Los productos polimerizados se pueden despolimerizar; a la inversa, los compuestos simples se pueden polimerizar.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

De esto se deduce que las variaciones relativas a un componente particular varían tanto en grado como en velocidad, no únicamente en función del tipo de agua, sino también, para el mismo tipo, en función de las condiciones ambientales.

Además, se debe enfatizar en que estas variaciones son a menudo suficientemente rápidas como para modificar la muestra considerablemente en el término de varias horas. Por lo tanto, es esencial en todos los casos tomar las precauciones necesarias para minimizar estas reacciones, y en el caso de muchos parámetros, analizar la muestra con un mínimo de retraso.

Puesto que las variaciones que ocurren en las muestras de agua se deben en gran medida a procesos biológicos, generalmente es necesario seleccionar entre varios métodos posibles de preservación, un método que no introduzca contaminación.

Las aguas superficiales y las aguas subterráneas se pueden almacenar más eficazmente. En el caso de aguas potables, el problema del almacenamiento se puede resolver más fácilmente, porque estas aguas son menos susceptibles a las reacciones biológicas y químicas.

En general, si las muestras se analizan en un lapso de 24 h, es suficiente la técnica de preservación con enfriamiento de 1 °C - 5 °C. Las muestras de agua de las plantas de alcantarillado municipales e industriales siempre se deberían preservar después del muestreo, debido a la actividad biológica en ellas.

A pesar de las numerosas investigaciones [1] que se han efectuado para recomendar métodos que permitan almacenar muestras de agua sin que su composición se modifique, es imposible dar reglas absolutas que cubran todos los casos y situaciones. Los detalles que se dan en este documento acerca de la preservación de muestras reemplaza los detalles correspondientes que se dan en las normas de análisis, a menos que la norma de ensayo explícitamente excluya la aplicabilidad de esta parte de la ISO 5667 (NTC-ISO 5667).

3.2 PRECAUCIONES QUE DEBEN TOMARSE

3.2.1 Selección del recipiente

La escogencia del recipiente es de gran importancia y la norma ISO 5667-2 (NTC ISO 5667-2) suministra algunas orientaciones sobre este tema. Los detalles sobre el tipo de recipiente que se debe usar para la recolección y el almacenamiento de las muestras se encuentran en las Tablas desde la 1 a la 4. Las mismas consideraciones proporcionadas en esta selección de materiales adecuados de recipientes también se debe tener en cuenta para los materiales de los revestimientos de las tapas. Las orientaciones dadas en esta norma son para ayudar a la selección de recipientes para uso general.

Los recipientes usados para recolectar y almacenar las muestras se debería seleccionar después de tomar en cuenta los siguientes criterios predominantes (especialmente cuando los analitos estén presentes en cantidades traza).

- a) Minimizar la contaminación de la muestra proveniente del material de recipiente o de la tapa, por ejemplo, la disolución de constituyentes orgánicos desde el vidrio (especialmente vidrio sódico) y compuestos orgánicos y metales desde los plásticos. Algunas tapas coloreadas pueden contener niveles significativos de metales pesados.
- b) Que puedan limpiarse y tratarse las paredes del recipiente para reducir la contaminación de la superficie por constituyentes traza tales como metales pesados o radionúclidos.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

- c) Los materiales de la tapa y del recipiente son inertes química y biológicamente para prevenir o minimizar la reacción entre los constituyentes de la muestra y los del recipiente.
- d) Los recipientes pueden causar cambios en las concentraciones de los constituyentes por adsorción o absorción de analitos. Los metales traza son susceptibles particularmente a estos efectos pero otros analitos (por ejemplo, detergentes, plaguicidas, fosfatos) se puedan afectar.

Deberían buscarse orientaciones por parte de los funcionarios del laboratorio sobre la selección de los recipientes de muestreo y del equipo de muestreo.

Se deberían considerar otros factores, por ejemplo, resistencia a temperaturas extremas, resistencia al rompimiento, facilidad de sellado y reapertura, tamaño, forma masa, disponibilidad, costo potencial para la limpieza y reutilización.

Los recipientes para blancos deberían siempre ser tomados, preservados y analizados como una verificación para saber si son adecuados y también, si lo es, el procedimiento de preservación (véase la norma ISO 5667-14).

3.2.2 Preparación del recipiente

3.2.2.1 Generalidades

Toda la preparación de procedimientos debe validarse para asegurar que no ocurran interferencias negativas y positivas. Como mínimo, esto debe incluir el análisis de:

- a) Blancos;
- b) Muestras adicionadas con niveles conocidos de analitos o muestras de control de concentración conocida.

Si no es posible hacer una disposición de recipientes desechables, es preferible reservar una serie de recipientes para un analito en particular, y de ese modo minimizar los riesgos de contaminación cruzada. Se debería tener cuidado para prevenir que un recipiente, que formalmente mantiene una muestra con una concentración alta de un analito, contamine una muestra posterior que vaya a contener del mismo analito de concentración más baja.

Puede ser necesario lavar los recipientes nuevos con agua que contenga detergente, para remover el polvo y los residuos de los materiales de empaque, seguido por enjuague completo con agua de una calidad apropiada. El uso de reactivos de limpieza y de solventes puede causar interferencias, por ejemplo, contaminación residual por detergentes que contengan fosfatos cuando se trata de analizar nutrientes. Si se usan, todos los reactivos y los solventes deberían ser de calidad apropiada. Para la determinación de silicio, boro y de surfactantes, no deberían usarse detergentes para propósitos de limpieza.

3.2.2.2 Detergentes para el lavado de recipientes plásticos o de vidrio

El procedimiento debería ser el siguiente:

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

- a) Lavar el recipiente y la tapa con solución diluida de detergente y de agua.
- b) Enjuagar la tapa completamente con agua.
- c) Enjuagar sucesivamente, dos veces, con agua de calidad apropiada.
- d) Drenar completamente y volver a poner la tapa.

Se pueden usar las máquinas automáticas de lavado para este procedimiento.

3.2.2.3 Recipientes de vidrio lavados con solvente

ADVERTENCIA los solventes orgánicos son peligrosos. Suministrar instrucciones para un uso adecuado y manejarlos con cuidado.

El procedimiento debe ser como sigue:

- a) Lavar el recipiente y la tapa con una solución diluida de detergente y agua corriente.
- b) Enjuagar completamente con agua corriente.
- c) Enjuagar sucesivamente, dos veces, con agua de una calidad apropiada y secar.
- d) Enjuagar con acetona de una calidad apropiada y drenar.
- e) Enjuagar con un solvente de calidad adecuada, secar e inmediatamente poner la tapa.

El solvente debe ser compatible con el analito de interés y el método analítico que se use.

3.2.2.4 Recipientes de plástico o de vidrio lavados con ácido

El procedimiento debe ser como sigue:

- a) Lavar el recipiente y la tapa con una solución diluida de detergente y agua corriente
Enjuagar completamente con agua corriente.
- b) Enjuagar con una solución acuosa de solución de ácido nítrico del 10 %.
- c) Tapar y almacenar por al menos durante 24 h.
- d) Vaciar el recipiente, enjuagar con agua de una calidad apropiada e inmediatamente poner la tapa.

Algunos fabricantes suministrarán recipientes con un certificado de limpieza. Tales recipientes pueden no necesitar enjuague o limpieza adicional, previendo que el fabricante suministre los recipientes con tapa puesta.

Se pueden usar lavadoras automáticas para lavado en ácido, en caliente.

3.2.3 Llenado del recipiente

Para muestras que requieren la determinación de parámetros fisicoquímicos llenar los recipientes completamente y taparlos en tal forma que no haya aire sobre la muestra. Esto limita la interacción con la fase del gas y la agitación durante el transporte.

Los recipientes de las muestras, cuyos contenidos se congelan como parte de su preservación, no se deberían llenar completamente (véase el numeral 3.2.6).

3.2.4 Manejo y preservación de muestras para análisis biológico

El manejo de las muestras para análisis biológico es diferente de las muestras químicas. Se puede usar un preservante para la fijación o preservación de las muestras. El término "fijación" se usa para describir la protección de estructuras morfológicas, mientras el término "preservación" se usa para la protección contra la degradación bioquímica o química de la materia orgánica. Los preservantes son tóxicos por definición. Su adición conduce a la muerte de los organismos vivos. Previamente a la muerte, pueden causar una fuerte irritación química a los organismos más delicados que no tienen paredes celulares fuertes, y se lisan antes de que la fijación esté completa. Para minimizar este efecto, es importante que el agente de fijación entre en la célula rápidamente. Algunos preservantes, por ejemplo, las soluciones ácidas de lugol, pueden con el tiempo conducir a la pérdida de algunos grupos taxonómicos de microorganismos, los cuales pueden ser un problema durante ciertas partes del año, en ciertas áreas. Puede ser recomendado el uso de un preservante adicional, tal como soluciones alcalinas de Lugol, durante, por ejemplo, el período de verano cuando la apariencia de los protozoos silíceo-flagelados puede ser frecuentemente observada.

La preservación de las muestras biológicas debe cumplir los siguientes requisitos:

- a) El efecto del preservante sobre la pérdida del organismo por choque químico u otro, debería conocerse de antemano.
- b) El preservante debería prevenir efectivamente la degradación biológica de la materia orgánica, al menos durante el período de almacenamiento de las muestras.
- c) El preservante debería garantizar un buen reconocimiento de los grupos taxonómicos de los organismos para que sean adecuadamente estudiados durante el período de almacenamiento de las muestras.

3.2.5 Manejo y preservación de las muestras para el análisis radioquímico

El manejo de las muestras radioquímicas no es diferente del manejo para los análisis fisicoquímicos. Las precauciones de seguridad dependen de la radioactividad de la muestra. Las técnicas de preservación para estas muestras dependen del tipo emisor y de la vida promedio de los radionúclidos de interés.

3.2.6 Enfriamiento o congelación de las muestras

Se debe enfatizar en que el enfriamiento o congelación de las muestras sólo es verdaderamente efectivo si se aplica inmediatamente después de recolectar las muestras. Cuando sea posible, se requieren cajas enfriadoras o refrigeradores en los vehículos, en el sitio de muestreo. Dondequiera que se de una temperatura para enfriamiento, corresponde a la temperatura del ambiente en el que está la muestra (no la temperatura de la muestra misma).

El enfriamiento simple (en hielo o en un refrigerador entre 1 °C y 5 °C) y el almacenamiento de la muestra en la oscuridad es, en la mayoría de casos, suficiente para preservar la muestra durante el transporte al laboratorio y durante un período de tiempo relativamente corto antes del análisis. El enfriamiento no se puede considerar como un medio de almacenamiento a largo plazo, particularmente en el caso de muestras de aguas residuales (véase la Tabla 1). La muestra se debería mantener a una temperatura inferior a la que se observa durante el proceso de recolección o de llenado del recipiente.

Un pequeño volumen de hielo no tendrá mucho efecto de enfriamiento sobre un gran volumen de agua tibia. Para las muestras que contienen analitos que probablemente se vean afectados por la actividad biológica, es importante que, si la preservación en sitio no es posible, se tome la temperatura de cada muestra inmediatamente llegue al laboratorio de análisis, particularmente si las muestras requieren algunas horas de transporte. Las muestras se deben analizar o enfriar inmediatamente se reciben en el laboratorio de análisis. Durante el transporte, es conveniente la temperatura del sistema de enfriamiento debe ser monitoreada.

En general, el almacenamiento de las muestras a temperaturas por debajo de -20 °C permite un incremento del período de almacenamiento de las muestras. Si las muestras van a ser congeladas, el recipiente debe estar hecho de plástico y no estar lleno completamente. Esto reduce el riesgo para que el recipiente de la muestra no se dañe. Para algunos analitos, tales como parámetros de nutrientes, el congelamiento de la muestra es el método preferido de preservación. En estos casos, el congelamiento rápido con hielo seco es un procedimiento satisfactorio. La congelación no es un procedimiento apropiado para muestras que requieran de análisis de sustancias volátiles o si las muestras contienen células o bacterias o microalgas, las cuales se pueden fracturar y perder los constituyentes celulares durante el proceso de congelamiento. Sin embargo, es necesario controlar completamente la técnica de congelación y descongelación con el fin de regresar la muestra a su equilibrio inicial después de la descongelación. En este caso, se recomienda enfáticamente el uso de recipientes plásticos (por ejemplo: policloruro de vinilo o polietileno). Para descongelar las muestras, véase la norma *ISO 5667-16 Biotesting of Samples* (NTC-ISO 5667-16).

3.2.7 Filtración o centrifugado de las muestras

La materia en suspensión, los sedimentos, las algas y otros microorganismos se pueden eliminar, ya sea en el momento de tomar la muestra o inmediatamente después, por filtración de la muestra a través de material filtrante de membrana (por ejemplo, papel, politetrafluoretileno, vidrio, etc.) o por centrifugación. Obviamente, la filtración no es aplicable si hay posibilidad de que el filtro de membrana retenga uno o más de los componentes por analizar. Igualmente, es esencial que el ensamble del filtro no sea causa de contaminación y se debe lavar cuidadosamente antes del uso, pero de una manera consistente con el método final de análisis.

Alternativamente, la razón para el análisis puede involucrar la separación de las formas solubles y no solubles (por ejemplo, fracciones solubles e insolubles de metal) mediante filtración.

No se recomienda la decantación como una alternativa a la filtración.

Las membranas filtrantes se deberían usar con precaución, pues diversos compuestos metálicos pesados y material orgánico pueden ser adsorbidos sobre la superficie de la membrana (por ejemplo, surfactantes), y los compuestos solubles dentro de la membrana se pueden lixiviar a la muestra.

3.2.8 Adición de preservantes

Algunos componentes físicos o químicos se pueden estabilizar mediante la adición de componentes químicos, bien sea directamente a la muestra después de tomarla, o antes, al recipiente cuando todavía está vacío.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

Los reactivos particulares necesarios para la preservación específica de algunos componentes (por ejemplo, la determinación del oxígeno, los cianuros y sulfuros totales) requieren una fijación previa de la muestra en el sitio.

Es esencial que los preservantes utilizados no interfieran durante el análisis; en casos de duda, se necesitan ensayos destinados a verificar su compatibilidad. Cualquier dilución de la muestra con soluciones de preservantes agregados se debería tener en cuenta durante el análisis y el cálculo de los resultados. Se debe evitar el uso de preservantes sólidos tales como hidróxido de sodio (NaOH) ya que puede haber calentamiento local, que afecta adversamente a la muestra.

Por ejemplo, la acidificación puede solubilizar los constituyentes coloidales o los sólidos, y debe por tanto, únicamente ser usada con precaución si la ayuda para el análisis es la determinación de constituyentes disueltos.

La adición de estos agentes también puede modificar la naturaleza química o física de los componentes y, por lo tanto, es necesario que estas modificaciones no sean incompatibles con los objetos de determinaciones posteriores. Por ejemplo, la acidificación puede solubilizar los componentes o los sólidos coloidales y, por lo tanto, sólo se debería usar con precaución si el propósito de la medición es determinar los componentes disueltos. Igualmente, se debe tener precaución si el propósito del análisis es determinar la toxicidad para los animales acuáticos, ya que la solubilización de algunos componentes, en particular compuestos metálicos pesados que son más tóxicos en forma iónica. Por lo tanto, las muestras se deberían analizar lo más pronto posible.

Para algunas determinaciones, en especial las de elementos traza, es esencial efectuar un ensayo en blanco, considerando la posibilidad de que los preservantes introduzcan una cantidad adicional de los elementos que se van a determinar (por ejemplo, los ácidos pueden introducir una cantidad significativa de arsénico, plomo y mercurio). En tales casos, las muestras de los preservantes utilizados para el tratamiento de las muestras de agua se deberían conservar para uso en la preparación de ensayos en blanco.

3.3 REACTIVOS

ADVERTENCIA Ciertos preservantes (por ejemplo, ácidos, álcalis) requieren ser usados con precaución. El personal que realiza el muestreo debería ser advertido sobre los peligros potenciales y los procedimientos adecuados de seguridad que deben seguirse.

Los siguientes reactivos se usan para la preservación de muestras y sólo se deberían preparar de acuerdo con los requisitos de muestreo individuales. A menos que se especifique algo diferente, todos los reactivos usados deberían ser al menos de grado reactivo analítico, y el agua debería ser al menos de pureza Clase II, según la norma ISO 3696. Los ácidos a que se refiere esta norma son los ácidos 'concentrados' disponibles comercialmente.

Todos los reactivos deben ser rotulados con la vida media, la cual no debe ser excedida. La vida media representa la fecha por la cual el reactivo es adecuado para el uso; si alguna se recibe sin fecha, ésta se le debe colocar en la botella cuando se desempaque, y se debe vigilar que dicha fecha no esté vencida.

Verifique periódicamente los dispensadores de reactivos y descarte cualquier reactivo donde los dispensadores estén demostrando que son inadecuados.

Entre viajes en campo, cerciórese de colocar los reactivos en gabinetes limpios y seguros, para evitar la contaminación accidental.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

Preserve todas las muestras de un tipo de parámetro a la vez, para evitar usar el preservante equivocado.

Marque la muestra después de adicionar el preservante, ya que usualmente no habrá indicación visible de cuáles muestras han sido preservadas y cuáles no.

3.3.1 Sólidos

3.3.1.1 Tiosulfato de sodio pentahidratado $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

3.3.1.2 Ácido ascórbico, $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_6$

3.3.1.3 Hidróxido de sodio NaOH

3.3.1.4 Dicromato de potasio $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

3.3.1.5 Sulfato de cobre, CuSO_4

3.3.1.6 Tetraborato de sodio, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$

3.3.1.7 Hexametilentetramina (hexamina, urotropina), $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$

3.3.2 Soluciones

3.3.2.1 Solución de acetato de cinc ($\rho = 0,10 \text{ g/ml}$), $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$

3.3.2.2 Ácido ortofosfórico ($\rho = 1,7 \text{ g/ml}$), H_3PO_4

3.3.2.3 Ácido clorhídrico ($\rho = 1,16 \text{ g/ml}$), HCl

3.3.2.4 Ácido nítrico ($\rho = 1,42 \text{ g/ml}$), HNO_3

3.3.2.5 Ácido sulfúrico (8 mol/l), H_2SO_4

3.3.2.6 Solución de hidróxido de sodio, ($\rho = 0,40 \text{ g/ml}$), NaOH

3.3.2.7 Solución de formaldehído (fracción en volumen de 40 %), (Formalina), CH_2O

3.3.2.8 Solución acuosa de sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (EDTA) ($\rho = 0,025 \text{ g/ml}$) $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

3.3.2.9 Etanol (fracción en volumen de 96 %).

3.3.2.10 Solución alcalina de Lugol, con acetato de sodio.

3.3.2.11 Solución ácida de Lugol, con ácido acético.

3.4 ALMACENAMIENTO PROLONGADO DE MUESTRAS

El tiempo de preservación recomendado antes de análisis comienza inmediatamente después de la recolección de la muestra en campo.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

En algunas situaciones reglamentarias existe un requisito para las muestras que se deben emplear durante un período de tiempo. Sin embargo, por las implicaciones analíticas de esto, este requisito legal toma prioridad sobre la orientación dada en esta norma.

En cualquier muestra analizada después de un período de preservación recomendado, es esencial que los resultados estén acompañados con una declaración en el sentido de que los resultados analíticos para el efecto de indicar que fue excedido el tiempo de almacenamiento recomendado. Además, cuando los laboratorios reportan datos analizados después del tiempo máximo de preservación recomendado, es esencial que el resultado analítico esté acompañado con una declaración en el sentido de que el tiempo máximo de preservación recomendado ha sido excedido.

El almacenamiento prolongado de las muestras puede ser apropiado si el laboratorio puede demostrar que no hay diferencia entre los resultados obtenidos después del tiempo de preservación extendido y el resultado obtenido dentro del tiempo de preservación dado en esta norma. Los procedimientos que se van a usar para establecer la homogeneidad y la estabilidad se describen en la Guía ISO 34.

3.5 ORIENTACIÓN GENERAL

El personal del laboratorio no debería permitir fumar cerca de las muestras; además, las muestras no deberían estar cerca de una fuente escape de un motor.

Las muestras abiertas deberían estar cerca de un ventilador o aire acondicionado (por ejemplo, mientras las muestras son filtradas o preservadas), y no estar cerca de alimentos o bebidas.

Asegure la descontaminación y limpieza en caso de usar equipo reutilizable (por ejemplo las cucharas de muestreo) entre y durante su uso.

Las superficies internas de las botellas o las tapas no deberían tocarse con los dedos o con cualquier objeto.

Las botellas vacías siempre se deben almacenar y transportar con las tapas colocadas herméticamente.

Deberían mantenerse las botellas de muestra sin objetos extraños. Si alguna medición (como la de temperatura o pH) se debe hacer por fuera de la botella, entonces se debe usar una botella especial únicamente para ese propósito, y luego descartarla. Bajo ninguna circunstancia una medición en campo se haría devolviendo la muestra a la botella que es enviada posteriormente al laboratorio para análisis.

Se examinan cuidadosamente las muestras para determinar la presencia de partículas grandes, tales como hojas o detritos. Si se observan, se descarta la muestra y se recolecta una nueva.

Se examinan cuidadosamente los reactivos de preservación, para contaminación lo que algunas veces se revela por ejemplo con un cambio de color. Si se sospecha de contaminación, se debe descartar el reactivo.

4. RECOMENDACIONES

Para algunos materiales orgánicos, puede ser ventajosa una extracción inicial en el sitio. También se pueden emplear procedimientos alternativos, tales como técnicas de adsorción en el sitio, o recolección en el espacio de cabeza en el sitio, cuando sea apropiado.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

Como ya se indicó en el numeral 3.1, es imposible dar reglas absolutas para las técnicas de preservación ni el tiempo de duración del almacenamiento ni la naturaleza del recipiente. La eficiencia del proceso de preservación depende no solamente de los componentes que requieren análisis y de sus niveles (de concentración), sino también de la naturaleza de la muestra.

En todos los casos, es esencial que el método de almacenamiento sea compatible con las técnicas analíticas que se usarán. Uno de los propósitos de las Tablas de la 1 a la 4 es describir las técnicas de preservación de uso más común y de aplicación por muchos usuarios de esta norma.

Sin embargo, no debería haber diferencia estadística significativa entre los resultados de una determinación realizada inmediatamente y el resultado después de preservación. Los resultados se deberían verificar, teniendo en cuenta particularmente el método de análisis que se va a usar y las orientaciones suministradas en esta norma.

Los volúmenes de muestras considerados en la Tabla 1 representan los volúmenes típicos requeridos para realizar una sola determinación sobre la muestra. Cuando hay disponible más de un método para un determinante particular, los volúmenes de muestras son apropiados al método que requiere el máximo volumen de muestra. Por tanto, en algunos casos, puede ser posible tomar un volumen de muestra menor; sin embargo, esto sólo se debería hacer después de consultar con los funcionarios del laboratorio.

Para una muestra que requiere la determinación de más de un parámetro, algunas veces es necesario tomar varias submuestras para cumplir los requisitos de preservación de la muestra. Es esencial que se pueda tomar un cuidado extremo para evitar la contaminación cruzada que puede ocurrir, por ejemplo, cuando se preserva con ácido nítrico una submuestra metálica que contaminaría la submuestra tomada para el análisis de nitrato.

5. IDENTIFICACIÓN DE MUESTRAS

Los recipientes que contengan las muestras deberían ir marcados en forma clara, precisa y durable.

Adicionalmente, en el momento de efectuar el muestreo, generalmente es necesario observar numerosos detalles que permitirán una interpretación correcta de la información obtenida (por ejemplo, fecha y hora de la toma de muestras, nombre de la persona que realiza el muestreo, naturaleza y cantidad de los preservantes agregados, etc.). Estos dos objetivos se pueden lograr en forma práctica mediante diversos procesos (etiquetas o rótulos, formatos, etc.).

Las muestras especiales de materiales anómalos deberían ser claramente marcadas y acompañadas por una descripción de la anomalía observada. Es esencial que las muestras que contengan materiales peligrosos o potencialmente peligrosos, por ejemplo ácidos, sean claramente identificadas como tales.

6. TRANSPORTE DE MUESTRAS

Los recipientes que contengan las muestras se deberían proteger y sellar en tal forma que no se deterioren, ni su contenido sufra ninguna pérdida durante el transporte. El material del empaque debería proteger los recipientes de una posible contaminación externa y ruptura, en especial cerca de la abertura, y él mismo no debería ser fuente de contaminación. Durante el transporte, es conveniente almacenar las muestras de acuerdo con las orientaciones de las Tablas de la 1 a la 4. En casos donde el tiempo de almacenamiento y transporte exceda del máximo tiempo de preservación recomendado antes de comenzar el análisis, si las muestras deberían o no ser analizadas, debería verificarse con el cliente, y si es así, debería registrarse el tiempo entre la toma de muestras y el análisis.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC-ISO 5667-3 (Primera actualización)

Si el tiempo de almacenamiento y transporte supera el tiempo de preservación máximo recomendado antes del análisis, entonces las muestras se deben analizar y se debe reportar el tiempo entre el muestreo y el análisis.

7. RECEPCIÓN DE MUESTRAS

El personal del laboratorio debería establecer si las muestras se mantuvieron en enfriamiento durante el transporte y si es posible si la temperatura ambiental de la muestra se mantuvo entre 1 °C a 5 °C.

En todos los casos, y especialmente cuando es necesario establecer una cadena de custodia, es recomendable que el conteo de los recipientes de muestras recibidos sea verificado contra el registro del número de recipientes enviados por cada muestra.

Tabla 1. Técnicas generalmente adecuadas para la preservación de muestras análisis fisicoquímico y químico

Parámetro por estudiar	Tipo de recipiente ^a	Volumen típico (ml) y técnica de llenado ^b	Técnica de preservación	Tiempo de preservación máximo recomendado antes del análisis, después de preservación	Comentarios
Acidez y alcalinidad	P o V	500 Llenar completamente el recipiente para extraer el aire	Enfriar entre 1 °C y 5 °C	24 h	14 d ^c Las muestras se deberían analizar preferiblemente en campo. (Particularmente para muestras con un contenido alto de gases disueltos). La reducción y oxidación durante el almacenamiento pueden cambiar la muestra.
Aceite y grasa	V lavado con solvente	1 000	Acidificar a pH entre 1 y 2 con H ₂ SO ₄ ó HCl	1 mes	
Aluminio	P lavado en ácido V o VB lavado en ácido	100	Acidificar a pH entre 1 y 2 con HNO ₃	1 mes	

Continúa...