CAPILLA ALFONSINA

CAPÍTULO 18

# METODOS PARA DETERMINAR CARACTERISTICAS FISICAS Y QUIMICAS MAS IMPORTANTES DEL AGUA

## OLOR

Colectar una muestra de agua en una botella limpia, tratando de que el líquido ocupe la mitad del volumen del recipiente. Agitar la botella vigorosamente, abrirla y percibir el olor desprendido.

Si se desea que la percepción del olor sea más fuerte se sugiere calentar el agua en la misma botella hasta que alcance una temperatura de 40 a 60°C y posteriormente abrirla para detectar el olor.

## COLOR

El color se determina por comparación visual de la muestra con soluciones coloreadas de concentraciones conocidas o bien utilizando discos de vidrio coloreados previamente calibrados. Una unidad de color se define como la producida por un miligramo de platino (ion cloroplatino) en un litro de agua destilada.

El color está relacionado con la turbidez y el pH del agua; por lo tanto, ambos parámetros deben ser valorados paralelamente.

## TEMPERATURA

La temperatura debe tomarse en el punto donde se colecta la muestra. Debe sumergirse el termómetro en la corriente o en un recipiente con la muestra manteniéndose dentro del agua hasta que el nivel del mercurio permanezca estático. La temperatura deberá leerse antes de extraer el termómetro del agua.

Puede utilizarse un termómetro de mercurio con una escala centígrada de 0-100°C y subdivisiones de 0.5 o 1°C calibrado para inmersión total o parcial. El primero debe estar completamente sumergido en el agua en el momento de la lectura y el segundo, debe sumergirse a la profundidad del círculo grabado que aparece alrededor del vástago, abajo del nivel de la escala.

Al tomar la lectura puede convertirse en grados Fahrenheit de acuerdo al siguiente cuadro:

Conversión de temperatura de grados centígrados (°C) a grados Fahrenheit (°F)

| °C | °F | °C | °F | °C | °F |
|---|---|---|---|---|---|
| –5 | 20.6 | 11 | 51.8 | 26 | 78.8 |
| –4 | 24.8 | 12 | 53.6 | 27 | 80.6 |
| –3 | 26.6 | 13 | 55.4 | 28 | 82.4 |
| –2 | 28.4 | 14 | 57.2 | 29 | 84.2 |
| –1 | 30.2 | 15 | 59.0 | 30 | 86.0 |
| 0 | 32.0 | 16 | 60.8 | 31 | 87.8 |
| 1 | 33.8 | 17 | 62.6 | 32 | 89.64 |
| 3 | 37.4 | 18 | 64.4 | 33 | 91.4 |
| 4 | 39.2 | 19 | 66.2 | 34 | 93.2 |
| 5 | 41.0 | 20 | 68.0 | 35 | 95.0 |
| 6 | 42.8 | 21 | 69.8 | 36 | 96.8 |
| 7 | 44.6 | 22 | 71.6 | 37 | 98.6 |
| 8 | 46.4 | 23 | 73.4 | 38 | 100.4 |
| 9 | 48.2 | 24 | 75.2 | 39 | 102.2 |
| 10 | 50.0 | 25 | 77.0 | 40 | 104.0 |

Método Electrométrico pH.

Se utiliza un potenciómetro, el cual desarrolla un voltaje cuando sus dos electrodos entran en contacto con la solución.

Esta medida se realiza de acuerdo a las instrucciones que marque el aparato usado para la prueba.

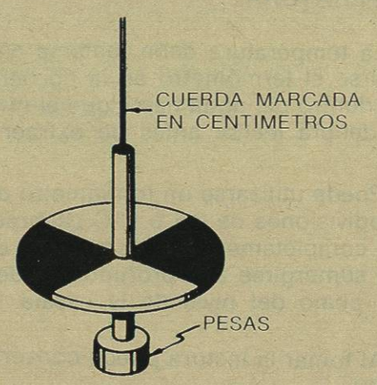
## TURBIDEZ

1) Disco de Secchi (prueba de campo)

La medida de la turbidez está basada en la obstrucción óptica de los rayos luminosos cuando pasan a través del líquido. La unidad de turbidez es la producida por una ppm de sílice en agua destilada.

Se utiliza un disco de madera o metal de 30 cm de diámetro pintado de blanco y negro con pesas colgado que le permitan sumergirse en el agua. El disco se suspende de un cordel marcado en centímetros.

DISCO DE SECCHI






Cuando el disco de Secchi es sumergido en el agua, desaparece de la vista a cierta profundidad, midiéndose en el propio cordel que suspende al disco. Entre menor sea la distancia a la que desaparece, mayor será la turbidez del agua.

2) Método de Hellige

Colocar en el aparato (turbidímetro de Hellige) el filtro adecuado de acuerdo al grado de turbidez y seleccionar la gráfica del agua.

Limpiar cuidadosamente un vaso de turbidímetro con la profundidad adecuada según la gráfica. Transferir la muestra al vaso hasta el aforo. Colocar el tapón esmerilado, tratando de que no queden burbujas en el fondo; si persisten, removerlas con un agitador de vidrio y colocar nuevamente el tapón.

Limpiar el exterior del vaso y colocarlo en el aparato. Cerrar la puerta y encender la luz. Girar el disco graduado localizado al lado derecho del aparato hasta igualar la intensidad de los dos campos y tomar la lectura. Girar nuevamente el disco hasta que desaparezca la mancha.

Con la lectura obtenida consultar la gráfica correspondiente; en donde se describe la profundidad del vaso, tipo de filtro y el número de lámpara para la cual fue calibrada. Cuando las muestras son demasiado turbias, se diluyen con agua destilada y posteriormente se multiplica el resultado por el factor de dilución.

## ALCALINIDAD

La alcalinidad en el agua se debe principalmente a la presencia de carbonatos, bicarbonatos e hidróxido de sodio, calcio, magnesio, etc.

Para diferenciar las formas de alcalinidad se hace una titulación con ácido sulfúrico (0.02 N) y se observa el "vire" tanto con fenoftaleína como naranja de metilo. Ambas se expresan como carbonato de calcio ($CaCO_3$). La suma de las dos corresponde a la alcalinidad total.

A) Alcalinidad a la fenoftaleína

Transferir 50 ml de agua a un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Agregar tres gotas de indicador de fenoftaleína; se observará un color rosa.

Titular con ácido sulfúrico 0.02 N hasta que la solución se decolore. Tomar la lectura del ácido sulfúrico consumido.

$$\text{Alcalinidad a la fenoftaleína como } CaCO_3 \text{ (ppm)} = \frac{\text{ml } H_2SO_4\ 0.02\ N \times 1000}{\text{volumen de muestra (ml)}}$$

B) Alcalinidad al Naranja de Metilo

Después de la titulación anterior, agregar a la solución cuatro gotas de indicador naranja de metilo. Se observará una coloración amarillenta. Titular con ácido sulfúrico 0.02 N hasta que la solución "vire" a un color canela. Tomar la lectura del ácido sulfúrico consumido.

Alcalinidad al naranja de metilo como $CaCO_3$ (ppm) = $\frac{\text{ml } H_2SO_4 \text{ 0.02 N} \times 1000}{\text{volumen de muestra (ml)}}$

Alcalinidad total (ppm) = Alcalinidad a la fenoftaleína + Alcalinidad al naranja de metilo

## DUREZA

La dureza del agua es originada por la disolución de sales de calcio y magnesio. De acuerdo a su dureza las aguas se clasifican en blandas, semiduras, duras y muy duras.

Transferir 25 ml de agua a un matraz Erlenmeyer de 125 ml. Agregar 5 gotas de solución amoniacal pH 10.0. Adicionar tres gotas de solución indicadora (negro ericromo T). Titular con una solución valorada de versenato de sodio (EDTA) hasta que "vire" a color azul.

Tomar la lectura de EDTA consumido.

Dureza total como $CaCO_3$ (ppm) = $\frac{\text{ml de EDTA} \times 1000}{\text{volumen de la muestra (ml)}}$

## OXIGENO DISUELTO (METODO DE WINKLER)

Indica el grado de oxigenación del agua. Cuando ésta se satura con oxígeno es porque está en contacto íntimo con el aire; cuando procede de pozos profundos, el contenido del oxígeno disuelto será nulo o muy reducido. Los peces y otros organismos más pequeños que viven en el agua necesitan de oxígeno disuelto para su supervivencia.

Al colectar una muestra para determinar en ella el oxígeno disuelto, deben tomarse precauciones con respecto a la introducción de aire en el agua, ya sea durante las operaciones de bombeo o por otras fuentes, ya que de lo contrario los resultados obtenidos no serán verídicos.

Colectar una muestra de 300 ml de agua en un frasco de vidrio boca angosta con tapón esmerilado (puede utilizarse una botella para DBO) y tomar la temperatura de la misma. Quitar el tapón del frasco; agregar con una pipeta 2 ml de solución de sulfato de manganeso. La punta de la pipeta se introduce abajo de la superficie del agua para permitir que la solución fluya sin quedar en contacto con el aire.

Agregar, del mismo modo, 2 ml de solución alcali-yoduro-nitruro. Colocar de nuevo el tapón de tal forma que no queden burbujas de aire abajo del mismo. Mezclar, invirtiendo varias veces durante tres minutos. Permitir que el precipitado resultante alcance la mitad del frasco. Volver a invertir el frasco si es necesario y dejar reposar. Quitar nuevamente el tapón y agregar 2 ml de ácido sulfúrico concentrado.

Colocar cuidadosamente el tapón evitando el acceso de aire al frasco. Lavar con agua el exterior del frasco tapado. Mezclar varias veces por inversión, hasta que el precipitado se disuelva completamente y el líquido tome un color café o amarillo. Transferir todo el líquido a un matraz Erlenmeyer de 500 ml.



CAPILLA ALFONSINA

Titular la solución con tiosulfato de sodio hasta que ésta cambie a un color amarillo pálido o paja. Agregar al matraz 1 o 2 ml de solución indicadora de almidón con la que se produce un cambio a color azul. Continuar agregando la solución de tiosulfato de sodio gota a gota hasta la desaparición del color.

Tomar la lectura del tiosulfato de sodio consumido.

Oxígeno disuelto (ppm) = $\frac{V \times N \times F}{m}$

En donde
V = ml de tiosulfato de sodio gastados.

N = Normalidad de tiosulfato de sodio

F = Factor = 8 000

M = ml netos de muestra.

## DEMANDA BIOQUIMICA DE OXIGENO (DBO)

Es la cantidad de oxígeno en mg/l necesarios para descomponer la materia orgánica presente en el agua por la acción bioquímica aerobia.

1.—Preparación del agua de dilución.

Transferir agua destilada a un frasco con tapón de algodón; dejar un tiempo a que se sature de oxígeno disuelto. También, puede lograrse burbujeando aire comprimido en el agua. La temperatura deberá ser próxima a 20°C.

De acuerdo al volumen de agua que se desea preparar, por cada litro deberá agregarse 1 ml de cada una de las siguientes soluciones amortiguadoras: de fosfato de potasio, sulfato de magnesio, cloruro de calcio y cloruro férrico.

Determinar OD por el método de Winkler.

2.—Inoculación.

El agua de dilución se inocula ya sea con el líquido sobrenadante de aguas negras domésticas, que previamente se ha mantenido a 20°C durante 24-36 horas; o bien con un cultivo realizado en el laboratorio a partir de tierra o suelo. También puede utilizarse como inóculo, agua de la corriente receptora, tomada abajo del punto de descarga del desecho particular. El agua de dilución inoculada deberá usarse el mismo día de su preparación.

3.—Pre-tratamiento.

a) Muestras que contengan acidez o alcalinidad cáustica.

Se neutralizan con NaOH o $H_2SO_4$ hasta obtener un pH de 7.0.

P= Fracción decimal de la muestra utilizada.

$B_1$ = OD de la dilución de control del inóculo, antes de la incubación.

$B_2$= OD de la dilución de control del inóculo, después de la incubación.

DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO (DQO)

Es la cantidad de oxígeno consumido por los cuerpos reductores presentes en el agua sin intervención de organismos vivos.

Transferir 50 ml de la muestra original o diluida a un matraz Erlenmeyer de 500 ml de junta esmerilada. Agregar perlas de vidrio para el control de la ebullición.

Adicionar 25 ml de solución valorada de dicromato de potasio y posteriormente con CUIDADO 75 mil de $H_2SO_4$ concentrado. Mezclar después de cada adición para obtener una mezcla homogénea. Fijar el matraz al refrigerante Friederichs y someter la mezcla a reflujo durante 2 horas. Enfriar y lavar el refrigerante con 25 ml de agua destilada. Diluir la mezcla a 350 ml y titular el exceso de dicromato con una solución valorada de sulfato ferroso amoniacal, usando ferroín como indicador. El cambio de color es de azul verde a azul rojizo.

Paralelamente, se somete a reflujo en la misma forma, 50 ml de agua destilada en lugar de la muestra, junto con todos los reactivos. Este servirá de testigo.

Se puede utilizar como catalizador el sulfato de plata ($Ag_2SO_4$) disolviendo directamente 1 g de éste en los 75 ml de $H_2SO_4$. Cuando es necesario disolver las muestras, el dicromato de potasio se diluye a 0.025 N.

Cálculos:

$$\text{DQO (mg/1)} = \frac{(a-b)\ c \times 8000}{\text{muestra (ml)}}$$

en donde:

a = ml de Fe $(NH_4)_2$ $(SO_4)_2$ gastados para el testigo.

b = ml de Fe $(NH_4)_2$ $(SO_4)_2$ gastados para la muestra.

c = normalidad del Fe $(NH_4)_2$ $(SO_4)_2$

ANALISIS BACTERIOLOGICO DEL AGUA

El agua natural es un reservorio de microorganismos; arrastra un número elevado de partículas cargadas de bacterias, de las cuales la gran mayoría sobrevive períodos cortos de tiempo.

Los grupos de bacterias mejor adaptadas al suelo y al agua corresponden al género *Bacillus* y *Pseudomonas*. Sin embargo, en el agua suele encontrarse al grupo coliforme predominando los géneros *Citrobacter* y *Enterobacter*.



En el agua pueden detectarse a su vez bacterias con propiedades patógenas definidas; como son *Escherichia coli, Salmonella typhi* y *Shigella* sp. Junto con éstos, es preciso controlar la presencia de enterococos.

Los peces pueden verse afectados en mayor o menor grado cuando el agua en que viven presenta poblaciones bacterianas elevadas; por lo tanto, el control bacteriológico debe realizarse con frecuencia.

Para colectar una muestra de agua que será analizada bacteriológicamente, es necesario tomarse en cuenta lo siguiente:

Deberá ser colectada por una persona capacitada.

Se utilizarán frascos de vidrio boca ancha con tapón esmerilado previamente esterilizados.

Si se sospecha que es agua clorada, deberá agregarse al frasco antes de esterilizarlo 0.5 ml de una solución de tiosulfato de sodio 0.01 N, con el objeto de eliminar el cloro presente.

Cuando el agua es de llave o de pozo profundo extraída con bomba, la colecta se realiza después de flamear la salida y dejarla correr durante 5 minutos.

Cuando es de lagos, ríos, etc., deberá evitarse tomarla de las orillas y de las zonas superficiales o excesivamente profundas. El mejor método es destapar el frasco aproximadamente a 20 cm. de profundidad y llenarlo contracorriente.

El traslado de la muestra al laboratorio deberá hacerse a la mayor brevedad y los frascos deberán sumergirse en hielo (0-10°C). Las muestras que son analizadas 48 hs después de su colecta, no muestran resultados significativos.

El análisis bacteriológico del agua comprende:

Cuentas de mosofílicos aerobios, coliformes totales, fecales y enterococos.

*Cuenta de mesofílicos aerobios*

(Método de difusión en placa)

Evitando todo tipo de contaminación durante la operación, se transfieren 10 ml de la muestra a un frasco con 90 ml de solución amortiguadora de fosfatos pH 7.2, se agita y a partir de ésta se preparan diluciones decimales hasta $10^{-3}$ utilizando la misma solución diluyente.

A partir de la muestra y de cada dilución se transfiere 1 ml a placas Petri estériles, agregando 15 ml de agar para la cuenta estándar, fundido y conservado a 45°C, se homogeiniza y se deja solidificar para posteriormente incubar las placas a 35°C/48 hs.

Utilizando un contador de colonias, se cuentan las desarrolladas en placas, incluyendo las puntiformes. Si dos de las placas presentan entre 30-300 colonias, se determina la media aritmética de los dos valores y se multiplica por el factor de dilución, a menos que uno de ellos fuera superior al doble del otro, en ese caso se considera el valor más bajo. Cuando las placas presentan cuentas menores a 30 colonias, se pro-



CAPILLA ALFONSINA