

ANEXO 1

TÉCNICAS ANALÍTICAS EN LABORATORIO

pH

Para la determinación del pH se utilizó un pH-metro (HI 2210). Antes de la lectura de las medidas, el equipo se calibró utilizando soluciones amortiguadoras de pH 7,0 y 4,0 y una solución Stop de cloruro de potasio (KCL)

DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS VOLÁTILES (AGV) PARA DIGESTORES ANAEROBIOS POR TITULACIÓN

- Los equipos necesarios son, ultracentrífuga 4.0, pH-metro, plancha de calentamiento y agitación magnética.
- Reactivos: ácido clorhídrico a 0.1 N e hidróxido de sodio (NaOH) a 0.1 N.
- Materiales: Dos buretas, vasos precipitados, una probeta, agitador magnético, papel aluminio, goteros y base universal.
- Procedimiento: tomar un volumen de muestra mayor a 50 mL y centrifugarlo a 13.000 rpm durante 10 min a 4°C, decantar el sobrenadante en una probeta hasta los 50 mL, llevar a un vaso precipitado con un agitador magnético a movimiento lento, introducir el electrodo para medir pH y llevar la muestra a un pH=6.5 con NaOH 0.1N cuando sea necesario, titular con HCl hasta pH=3 (El consumo se registra como X mL).

Tapar el vaso precipitado con papel aluminio agujereado y colocarlo en una plancha de calentamiento a temperatura máxima, estar atento a que aparezca la primera burbuja de ebullición y desde ese momento contabilizar 3 min, cumplido el tiempo interrumpir el calentamiento y esperar 2 min.

Titular inmediatamente con NaOH 0.1N hasta un pH= 6.5 (El consumo se registra como Y mL).

- Cálculos simplificados

$$\frac{Y \text{ mL} * 0.1\text{meq/mL} * 1000}{\text{Vol de muestra}(\text{mL})} = \text{AGV (meq/L)} \quad (1)$$

$$\frac{X \text{ mL} * 0.1\text{meq/mL} * 1000}{\text{Vol de muestra}(\text{mL})} = \text{Acidez total}(\text{meq/L}) \quad (2)$$

Factor de conversión de AGV (meq/L) a AGV (mg DQO/L), multiplicar por 100, asumir el 75% C₃ y 25% C₂ en el efluente de AGV

$$\text{AGV (meq/L)} * 100 = \text{AGV}(\text{mgDQO/L}) \quad (3)$$

DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO) POR EL MÉTODO COLORIMÉTRICO DE DICROMATO A REFLUJO CERRADO.

La Demanda Química de Oxígeno (DQO) se define como la cantidad de un oxidante específico que reacciona con una muestra bajo condiciones controladas. La cantidad de oxidante consumida se expresa en términos de su equivalencia en oxígeno: mgO_2/L . El método colorimétrico se basa en la oxidación de la materia orgánica por medio de un oxidante fuerte como el dicromato, el cromo Cr +6 de color naranja presente en la solución de análisis se reduce a Cr +3 de color verde, la reducción del cromo depende directamente de su reacción con la materia orgánica total existente en la muestra, lo que permite cuantificar la materia orgánica presente en la muestra por medio del método colorimétrico que mide la Absorbancia del Cr +3 a 600nm [80].

- Equipos: Bloque de calentamiento –Termoreactor para DQO a $150 \pm 2^\circ\text{C}$, Fotómetro HI 83099, plancha de calentamiento y agitación magnética.
- Reactivos: Ftalato ácido de potasio (KHP), dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), ácido sulfúrico (H_2SO_4), sulfato de mercurio (HgSO_4), Sulfato de plata (Ag_2SO_4).

Dicromato de Potasio 0,2084 N: solución Digestora: pesar 10,216g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ previamente secado a 110°C por 2 horas y diluirlos en 300 mL de agua, adicionar 50ml de H_2SO_4 . Aparte pesar 33,3 g de HgSO_4 , disolverlos en 200 mL de agua y agregar H_2SO_4 en pequeñas porciones hasta que se disuelva todo el HgSO_4 . Mezclar las dos soluciones y adicionar H_2SO_4 hasta completar 170ml de H_2SO_4 . Conservar este orden de adición. Una vez se haya aclimatado la solución, diluir a 1 L. 6.1.3.2

Solución Catalizadora: pesar 5.06g de Ag_2SO_4 y diluir en 500 mL de Ácido Sulfúrico concentrado. La solución debe prepararse con un día de anticipación para solubilizar todo el Ag_2SO_4 .

Patrón de ftalato hidrógeno potásico: pese 0,425g de biftalato de potasio previamente seco a 110°C y diluya a 500 mL con agua destilada. Esta solución es estable cuando se refrigera, pero no indefinidamente. Se recomienda preparar semanalmente.

- Materiales: Viales de DQO Hanna 93754B – 25, rejilla porta viales, pipeta automática y puntas, adaptador DQO para el fotómetro HI 83099, matraz aforado, vasos precipitados, agua destilada.
- Procedimiento: tomar una muestra con un volumen mayor a 10 mL, centrifugarla a 13.000 rpm durante 10 min a 4°C , decantar el sobrenadante en un vaso precipitado, diluir la muestra cuando lo requiera con agua destilada y registrar la proporción. Preparar los viales con 3 mL de reactivo y dejar reposar, agregar 2mL de la muestra diluida o concentrada con una inclinación de 45° sobre las paredes del vial, tapar el vial previamente etiquetado, hacer dos mezclas, tomando el vial de la tapa debido a que se genera una reacción exotérmica, hacer el mismo procedimiento cuantos duplicados sean necesarios.

Montar un blanco, agregando 2 mL de agua destilada al vial preparado y montar un patrón agregando 2 mL de Ftalato Ácido de Potasio, se recomienda preparar semanalmente esta solución.

Precalentar el termoreactor, y después ubicar los viales en el equipo, oprimir start y esperar a que el equipo incremente la temperatura hasta los 150°, oprimir nuevamente start y automáticamente el equipo hace la digestión durante 120 minutos. Al terminar la digestión, esperar aproximadamente 20 minutos hasta que la temperatura descienda a 120°C, tomar los viales y mezclar dos veces.

Colocar los viales en la rejilla metálica y dejar reposar hasta alcanzar una temperatura ambiente. Preparar el fotómetro con el adaptador correspondiente, comenzar la lectura, con el vial etiquetado como blanco, y seguida de esta lectura empezar con los demás viales, verificar la lectura con el vial etiquetado como patrón.