

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ

Colegio de Ciencias e Ingenierías

Evaluación de la concentración óptima de semillas trituradas de Moringa oleifera Lam., en el proceso de coagulación-floculación en comparación con el Sulfato de Aluminio

Proyecto de investigación

Marlon Mauricio Pico Vargas

Ingeniería Química

Trabajo de titulación presentado como requisito
para la obtención del título de
Ingeniero Químico

Quito, 31 de mayo de 2017

Universidad San Francisco de Quito USFQ
Colegio de Ciencias e Ingenierías

HOJA DE CALIFICACIÓN
DE TRABAJO DE TITULACIÓN

Evaluación de la concentración óptima de semillas trituradas de Moringa oleifera Lam., en el proceso de coagulación-floculación en comparación con el Sulfato de Aluminio

Marlon Mauricio Pico Vargas

Calificación:

Nombre del profesor, Título académico

Andrea Landázuri, Ph.D.
Mario Caviedes, Ph.D.

Firma del profesor

Quito, 31 de mayo de 2017

Derechos de Autor

Por medio del presente documento certifico que he leído todas las Políticas y Manuales de la Universidad San Francisco de Quito USFQ, incluyendo la Política de Propiedad Intelectual USFQ, y estoy de acuerdo con su contenido, por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo quedan sujetos a lo dispuesto en esas Políticas.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en el Art. 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior.

Firma del estudiante: _____

Nombres y apellidos: Marlon Mauricio Pico Vargas

Código: 00111208

Cédula de Identidad: 1721481131

Lugar y fecha: Quito, mayo de 2017

Resumen

En el actual estudio se evalúa el rendimiento de semillas de *Moringa oleifera* Lam., como agente coagulante natural; y, sulfato de aluminio, como agente coagulante sintético, durante procesos de coagulación-floculación. Las variables monitoreadas son turbidez, DQO, *E.Coli* y pH con el fin de demostrar que un agente coagulante natural puede llegar a tener un rendimiento igual o superior a un agente sintético. Mediante diseño experimental aplicado a distintas fuentes de agua del Distrito Metropolitano de Quito, se concluye que una concentración de 250 mg de *Moringa oleifera* Lam. por cada litro de agua (M1), y una concentración de 10 mL de sulfato de aluminio por cada litro de agua (S1), son los tratamientos que mostraron, en promedio, mayor remoción de turbidez (90%) y DQO (60%). Con respecto a *E. Coli*, el tratamiento S1 con una concentración de 10 mL por cada litro de agua es superior a los demás. Adicionalmente, los tratamientos que incluyeron *Moringa oleifera* Lam. mantuvieron valores de pH entre 7,4 y 7,7; mostrando capacidad amortiguadora. Este primer estudio da luces hacia una posible sustitución parcial o completa de sulfato de aluminio para así disminuir las desventajas con respecto a la salud y viabilidad económica en los tratamientos terciarios para potabilización o recuperación de agua en el Ecuador.

Palabras Claves: *Moringa oleifera* Lam., sulfato de aluminio, DQO, turbidez, *E.Coli*

ABSTRACT

In the current study the yield of *Moringa oleifera* Lam. seeds as a natural coagulant agent; and aluminum sulphate, as a synthetic coagulant, is evaluated during coagulation-flocculation processes. The variables monitored are turbidity, COD, *E.Coli* and pH in order to demonstrate that a natural coagulating agent can have a yield equal to or greater than a synthetic agent. By means of experimental design applied to different water sources of the Metropolitan District of Quito, it is concluded that a concentration of 250 mg of *Moringa oleifera* Lam. per liter of water (M1), and a concentration of 10 mL of aluminum sulphate per liter of water (S1), are the treatments that showed, on average, greater removal of turbidity (90%) and COD (60%). Regarding *E. Coli*, a concentration of 10 mL of aluminum sulphate per liter of water is the best treatment. In addition, treatments that included *Moringa oleifera* Lam. maintained pH values between 7.4 and 7.7; showing buffering capacity. This first study shows a possible partial or complete substitution of aluminum sulphate to reduce the disadvantages with respect to health and economic viability in the tertiary treatments for potabilization or water recovery in Ecuador.

Key words: *Moringa oleifera* Lam., aluminum sulphate, turbidity, DQO, *E.Coli*

TABLA DE CONTENIDO

Introducción	9
Metodología	11
Resultados y Discusiones	16
Cclusiones	28
Referencias Bibliográficas.....	29
Anexos	32

Evaluación de la concentración óptima de semillas trituradas de *Moringa oleifera* Lam. en el proceso de coagulación-floculación en comparación con Sulfato de Aluminio

Marlon Pico, Esteban Núñez, Mario Caviedes, Andrea Landázuri

Resumen

En el actual estudio se evalúa el rendimiento de semillas de *Moringa oleifera* Lam., como agente coagulante natural; y, sulfato de aluminio, como agente coagulante sintético, durante procesos de coagulación-floculación. Las variables monitoreadas son turbidez, DQO, *E.Coli* y pH con el fin de demostrar que un agente coagulante natural puede llegar a tener un rendimiento igual o superior a un agente sintético. Mediante diseño experimental aplicado a distintas fuentes de agua del Distrito Metropolitano de Quito, se concluye que una concentración de 250 mg de *Moringa oleifera* Lam. por cada litro de agua (M1), y una concentración de 10 mL de sulfato de aluminio por cada litro de agua (S1), son los tratamientos que mostraron, en promedio, mayor remoción de turbidez (90%) y DQO (60%). Con respecto a *E. Coli*, el tratamiento S1 con una concentración de 10 mL por cada litro de agua es superior a los demás. Adicionalmente, los tratamientos que incluyeron *Moringa oleifera* Lam. mantuvieron valores de pH entre 7,4 y 7,7; mostrando capacidad amortiguadora. Este primer estudio da luces hacia una posible sustitución parcial o completa de sulfato de aluminio para así disminuir las desventajas con respecto a la salud y viabilidad económica en los tratamientos terciarios para potabilización o recuperación de agua en el Ecuador.

Palabras Claves: *Moringa oleifera* Lam., sulfato de aluminio, DQO, turbidez, *E.Coli*

Abstract

In the current study the yield of *Moringa oleifera* Lam., seeds as a natural coagulant agent; and aluminum sulphate, as a synthetic coagulant, is evaluated during coagulation-flocculation processes. The variables monitored are turbidity, COD, *E.Coli* and pH in order to demonstrate that a natural coagulating agent can have a yield equal to or greater than a synthetic agent. By means of experimental design applied to different water sources of the Metropolitan District of Quito, it is concluded that a concentration of 250 mg of *Moringa oleifera* Lam., for each liter of water (M1), and a concentration of 10 mL of aluminum sulphate per liter of water (S1), are the treatments that showed, on average, greater removal of turbidity (90%) and COD (60%). Regarding *E. Coli*, a concentration of 10 mL of aluminum sulphate for liter of water is the best treatment. In addition, treatments that included *Moringa oleifera* Lam. Maintained pH values between 7.4 and 7.7; Showing buffering capacity. This first study shows a possible partial or complete substitution of aluminum sulphate to reduce the disadvantages with respect to health and economic viability in the tertiary treatments for potabilization or water recovery in Ecuador.

Key words: *Moringa oleifera* Lam., aluminum sulphate, turbity, DQO, *E.Coli*

1.- Introducción

A medida que la población aumenta, y debido a la alta capacidad de consumo es necesario obtener nuevas fuentes de agua para su potabilización. Estas fuentes se vuelven cada vez más escasas o se encuentran contaminadas y son más difíciles de tratar por lo que se necesitan de mejores tratamientos para su potabilización (Mohammad et al., 2013). Por otro lado, en cuanto al tratamiento de aguas residuales, procesos terciarios podrían ser aplicados para que el efluente pueda ser utilizado para posterior potabilización o para usos aceptables y más rigurosos que no impliquen la descarga del efluente en el cuerpo receptor. El tratamiento de aguas para su potabilización contiene una serie de procesos: pretratamiento, tratamientos biológicos, clarificación, desinfección UV, entre otros (Quirós-Bustos, Vargas, & Jiménez, 2010). Dentro de la etapa de clarificación se incluye el proceso de coagulación-floculación.

La coagulación es un proceso en el cual se desestabiliza a las partículas coloidales causadas por la adición de un reactivo químico llamado coagulante (Nahum, 2014). El coagulante posee iones de carga positiva que permiten cancelar cargas eléctricas en superficies coloidales que genera aglomeración y formación de coágulos (García-Fayos, Arnal, Monforte-Monleon, & Sancho, 2015). La floculación no es más que la unión de coágulos que al aglomerarse llegan a tener una densidad mayor al agua lo que les permite sedimentarse alcanzando una remoción entre el 80% al 90% de coloides y partículas disueltas (Nahum, 2014). El proceso de clarificación es importante ya que indica la eficacia final de todo el tratamiento de potabilización (García-Fayos et al., 2015).

El sulfato de aluminio es uno de los agentes coagulantes más usado para los tratamientos de potabilización a nivel mundial (Quirós-Bustos et al., 2010) y Ecuador no es la excepción. La razón de su popularidad como alternativa para el tratamiento de clarificación se debe al gran rendimiento que tiene con respecto a la remoción de sólidos disueltos (superior al 80% de remoción de sólidos disueltos) pero las ventajas del rendimiento han comenzado a verse opacadas por los problemas a la salud que se generan al utilizar dicho reactivo coagulante (Ghebremichael & Hultman, 2004; Mendoza, Fernández, & Ettiene, 2000).

En recientes estudios se ha constatado que el sulfato de aluminio produce altos costos con respecto al tratamiento de los lodos que se generan en la floculación, asumiendo

casi el 50% del costo total del tratamiento de potabilización (Shapally, 2012), además que existen costos adicionales del proceso como la estabilización del pH y la adición de polímeros con el fin de aumentar el rendimiento del sulfato de aluminio (Morales, Méndez, & Tamayo, 2009). Por otro lado, en el ámbito de salud, estudios indican que las sales de aluminio podrían producir daños en el sistema nervioso incluso llegando a generar enfermedades como el Alzheimer (Çabuş et al., 2015). Por los motivos anteriormente mencionados, se busca agentes coagulantes alternativos que permitan igualar el rendimiento obtenido con el sulfato de aluminio, sin efectos en la salud y disminuir los costos del proceso coagulación-floculación y tratamiento de lodos (Martha et al., 2014; Mohammad et al., 2013).

La adición de polímeros logra disminuir la cantidad de sulfato de aluminio en el agua, reducir la cantidad de lodos y aumentar el rendimiento de la extracción de coloides y sólidos disueltos; no obstante, estos polímeros pueden ser tóxicos opacando así sus grandes resultados con respecto al rendimiento (Quirós-Bustos et al., 2010). La introducción de agentes coagulantes naturales o polímeros naturales provenientes de la *Moringa oleifera* Lam. (MO), por ejemplo, es una posible alternativa que presenta una solución a estos inconvenientes (Bichi, 2013; Silvan et al., 2012).

En varios países como Malasia, India y algunas zonas de África la población usa las semillas de *Moringa oleifera* Lam. para purificar agua (Muyib et al., 2002). La moringa es una planta que tiene varios usos como suplemento alimenticio para la anemia, como medicamento, como cremas entre otros (Eliana, 2007). Estudio han demostrado que este compuesto natural puede usarse como agente coagulante y así ser una alternativa para sustituir al sulfato de aluminio y polímeros sintéticos en los procesos de clarificación para la potabilización de agua o tratamiento de aguas residuales de baja turbidez (Ali & Taweel, 2007; Effendi, Sari, & Hasibuan, 2015; Ndabigengesere & Narasiah, 1998).

Por los motivos expuestos anteriormente, se realizó una serie de ensayos mediante pruebas de jarras, con los cuales se ha determinado un rango de dosis óptimo de semillas de *Moringa oleifera* Lam. para así obtener una solución que pueda ser comparada con el sulfato de aluminio y/o logre superar la acción coagulante y floculante del sulfato de aluminio. La solución óptima se ha probado en distintas fuentes de agua del Distrito Metropolitano de Quito

2.- Metodología

- *Diseño experimental*

Se escogió como factor de estudio del diseño experimental a la remoción de contaminantes en el proceso de coagulación-floculación. Con el factor de estudio se seleccionaron diferentes tratamientos, y para esto se utilizó *Moringa oleifera* Lam. y sulfato de aluminio como agentes coagulantes los cuales fueron divididos en diferentes concentraciones como se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Concentración de *Moringa oleifera* Lam. y Sulfato de aluminio y su respectiva codificación

<i>Moringa Oleifera</i>	M1	M2	M3	M4	M5
	225 mg/L	250 mg/L	275 mg/L	300 mg/L	325 mg/L
Sulfato de aluminio - Al₂(SO₄)₃	S1	S2	S3	S4	S5
	10 mL/L	20 mL/L	30 mL/L	40 mL/L	50 mL/L

Investigaciones exploratorias (Anexo 1) concluyeron que la concentración de 250 mg/L proporcionaba una mejor remoción comparadas con concentraciones inferiores y superiores a dicho valor. La Parte de la moringa utilizada para el experimento exploratorio y para este experimento fue la semilla sin cáscara es decir el cotiledón triturado a un promedio de tamaño de partícula entre 1mm a 750 µm. Con el fin de tener una concentración más exacta, se analizaron concentraciones adicionales más cercanas a una dosis de 250 mg/L.

Con respecto al sulfato de aluminio, las concentraciones fueron seleccionadas según sugieren varios estudios (Çabuş et al., 2015).

Las variables medidas durante los experimentos fueron: turbidez, demanda química de oxígeno (DQO), *E. Coli* y pH. Cada una de las variables fue medida con el fin de determinar la concentración óptima.

Con las variables definidas, se decidió ejecutar tres repeticiones (también denominados muestreos) que serían realizadas para lograr obtener significancia estadística. Durante cada muestreo se tomó en cuenta las condiciones iniciales de las fuentes de agua estudiadas. Una vez definidos los tratamientos y número de repeticiones se procesaron

los datos por medio de un Diseño de Bloques Completamente al Azar (DBCA) el cual está definido por la siguiente ecuación:

$$y_{ij} = \mu + \beta_j + \tau_i + \varepsilon_{ij} \quad (1)$$

Donde,

i son los tratamientos, y

j , las repeticiones o muestreos

Las fuentes que participan en el DBCA están relacionadas con el modelo matemático de la ecuación 1 e incluyen

$y_{ij} - \mu$, que es la fuente de variación total

τ_i , fuente de variación por efecto del tratamiento

ε_{ij} , fuente de variación del error experimental

β_j , fuente de variación de los bloques (Morales et al., 2009)

Tabla 2. Codificación de tratamientos seleccionados para cada muestreo con su respectiva aleatorización.

Muestreo 1	S4	M1	M3	S1	M5	S5	S3	M4	M2	S2
Muestreo 2	M3	M5	M2	S4	S1	S2	S3	M1	S5	M4
Muestreo 3	S2	M2	M1	M4	S5	M5	S3	M3	S4	S1

La unidad experimental se obtiene por medio de la multiplicación entre las repeticiones y los tratamientos que en este caso dieron como resultado 30 unidades experimentales ya que tenemos tres muestreos con 10 tratamientos. Adicionalmente se debe tener en cuenta que, en cada muestreo, la muestra original o agua del río es diferente, debido a que se toma en diferentes días y pueden variar las condiciones de dichas aguas, por lo que para el análisis adicionalmente a las 30 unidades experimentales, habrá tres muestras más de agua de río sin tratar que sumarían en total 33 unidades experimentales. Por lo tanto, se analizaron 33 unidades experimentales que al

multiplicarlo por las 4 variables medidas para este experimento dan como resultado un total de 132 datos para el análisis incluyendo las muestras de agua de río sin tratar.

Se utilizó una transformación de datos para así disminuir el error experimental y lograr obtener una distribución normal en los datos (O. Sanchez, 2017). La ecuación 2 refleja dicha transformación:

$$T(x) = \sqrt{x} \quad (2)$$

Donde

x es la variable medida en cada uno de los parámetros de análisis, y

$T(x)$ es el resultado de la transformación de la variable

Dicho resultado se utilizó para realizar el análisis de varianza (ANOVA) y obtener los diferentes rangos que definen el mejor tratamiento para cada una de las variables analizadas (O. Sanchez, 2017).

- ***Recolección de muestras***

Los criterios de los puntos de recolección de muestras de agua toman en cuenta que estén dentro del DMQ y que posean un rango de contaminación baja. Se eligió un punto en el Río Monjas que atraviesa la parte de la zona Norte de Quito y en donde desemboca una parte del agua residual de dicha zona.

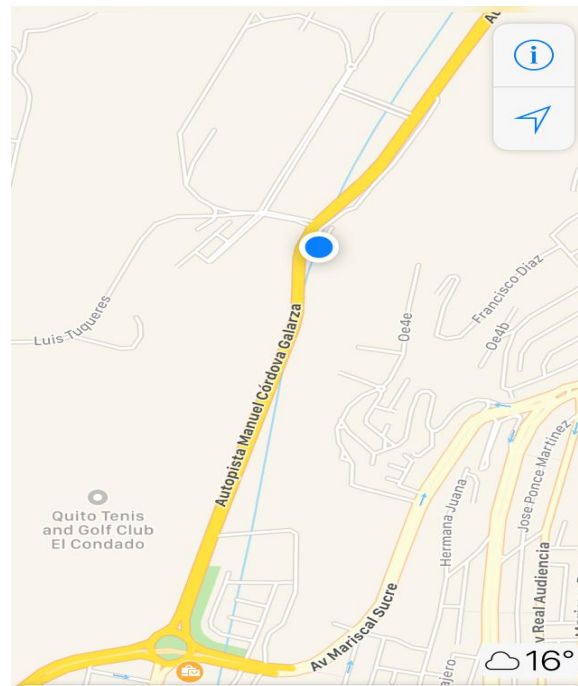


Figura 1. Punto de recolección de las muestras de agua en el Río Monjas

- ***Preparación de Moringa***

La moringa utilizada para este experimento fue provista por Ecuamoringa (Guayaquil, Ecuador). Se retiró la cáscara para obtener el cotiledón, y luego ser triturado con mortero se pesa un aproximado de 5 g que será tamizado hasta obtener un promedio de partícula entre 1mm y 750 μm . Después se separa en las diferentes concentraciones para los tratamientos en un vaso de precipitación de 100 mL para obtener las diferentes soluciones de moringa que serán funcionarán como agentes coagulantes.

- ***Preparación de sulfato de aluminio***

Se pesan 34,2 g de sulfato de aluminio que serán disueltos en 1 L de agua en donde se le combina con 1 mL de ácido sulfúrico para obtener una solución de 0.1 M con un 1 mL de ácido sulfúrico.

- ***Prueba de Jarras***

En un vaso de precipitación de 1 L se toman 900 mL de agua sin tratar del Río Monjas, para luego combinarlas con las soluciones de moringa. En el caso de sulfato de aluminio se tomaron 900 mL del agua del río para luego combinarlas con las soluciones correspondientes de 10 mL a 50 mL. Las muestras con las diferentes soluciones de

agente coagulante se sometieron a prueba de jarras con una agitación de 100 rpm durante un minuto y 20 rpm durante 25 minutos. Después de la agitación se dejó sedimentar el agua tratada durante dos horas.

- ***Análisis para turbidez***

Se tomó 50 mL de las muestras ya tratadas para posterior centrifugación durante 5 minutos a 3000 rpm y así separar grumos que puedan afectar la medición. Se colocó aproximadamente 40 mL de las muestras en tubos de ensayo para la determinación de turbidez a través de un turbidímetro modelo AQUAfast AQ4500.

- ***Análisis para DQO***

Para el análisis de DQO también se realizó una centrifugación a 3000 rpm durante 5 minutos para luego tomar 2,5 mL de la muestra. Para este análisis se necesita de cierto tipo de soluciones y se sigue un método estandarizado el cual es preparado bajo un protocolo detallado en el Anexo 2.

- ***Análisis para E. Coli***

Se tomó 50 mL de la muestra en un vaso de precipitación de 100 mL debidamente tapados para luego ser entregado en el Instituto de Microbiología y determinar las UFC (Unidades Formadoras de Colonias) presentes en las muestras por medio del método de conteo en caja Petri.

- ***Análisis pH***

Se midió el pH tanto inicialmente como después del tratamiento.

3.- Resultados y discusión

Es importante señalar que todos los días de recolección de muestras presentaron días lluviosos por lo que ciertas medidas llegaron a ser más bajas de lo esperado para condiciones secas como medidas de DQO de 500 mg O₂/L, tal y como se aprecia a continuación:

- *Turbidez*

En la Figura 2 se puede ver que la moringa tiene una mejor eficiencia con respecto al sulfato de aluminio llegando a 85% de remoción en promedio, esto se debe a que la moringa, entre sus componentes contienen proteínas catiónicas que permiten estabilizar las superficies coloidales de los sólidos disueltos para generar el proceso de coagulación y por consecuente el proceso de floculación (Ghebremichael & Hultman, 2004; Baghvand, 2010; Bichi, 2013; Molona, 2011). Con respecto a la formación de coágulos, estos se forman inmediata al momento de colocar la solución de moringa con una agitación de 100 rpm (M. Sanchez, Beltran, & Perez, 2012; Taylor, Bongiovani et al., 2014). En la sedimentación, se puede notar que la moringa tarda aproximadamente 2 hora en sedimentar el 80% de floculo e incluso después de las 2 horas no todos los floculo se han sedimentado, esto se debe a que la moringa después del ensayo de jarras sigue generando floculo, es decir que con el pasar de las horas la moringa puede llegar a aumentar su rendimiento de remoción (Aho & Agunwamba, 2014; Golestanbagh et al., 2011).

En la Figura 3 el sulfato de aluminio llego a tener una remoción aproximada del 80% en promedio , esto se debe a que el sulfato de aluminio al estar en solución se divide en iones Al^{+3} y $(SO_4)^{-2}$ por lo que permiten la neutralización de las partículas coloidales, lo que se refiere a la sedimentación el sulfato de aluminio logra sedimentar aproximadamente el 80% de floculo en 25 minutos, esto se debe a los iones aluminio en que permite que el floculo supere el peso específico del agua con mayor rapidez que la moringa (Silvan et al., 2012; Yang et al., 2014).

Tabla 3. Datos del análisis turbidez en cada uno los tratamientos y la muestra sin tratar

Tratamientos		Concentración	Turbidez [NTU]			Promedio
			1	2	3	-
Moringa	M1	225 mg/L	1,26	0,88	0,62	0,92
	M2	250 mg/L	1,68	1,57	2,12	1,79
	M3	275 mg/L	1,44	0,85	1,25	1,18
	M4	300 mg/L	1,68	1,95	1,72	1,78
	M5	325 mg/L	2,87	2,77	2,66	2,77
Al ₂ (SO ₄) ₃	S1	10 mL/L	1,48	1,06	1,69	1,41
	S2	20 mL/L	2,58	1,47	1,41	1,82
	S3	30 mL/L	3,72	1,23	2,25	2,40
	S4	40 mL/L	2,02	1,22	2,31	1,85
	S5	50 mL/L	3,02	1,35	3,58	2,65
Monjas		-	15,03	9,01	9,39	11,14

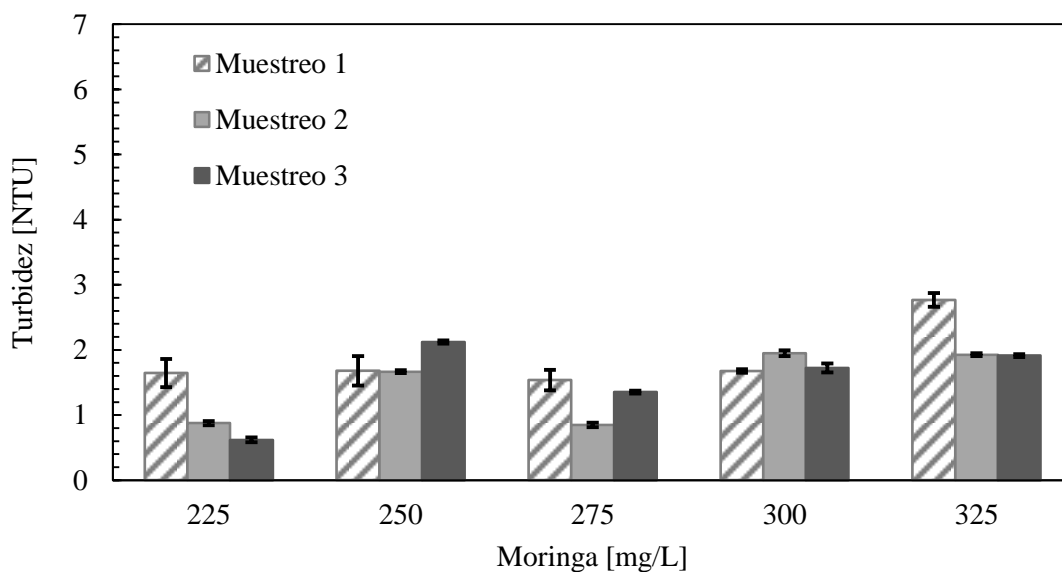


Figura 2. Turbidez de muestras puntuales de agua del Río Monjas con respecto a la concentración de Moringa mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mgO₂/L; Segundo muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mg O₂/L; Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mgO₂/L.

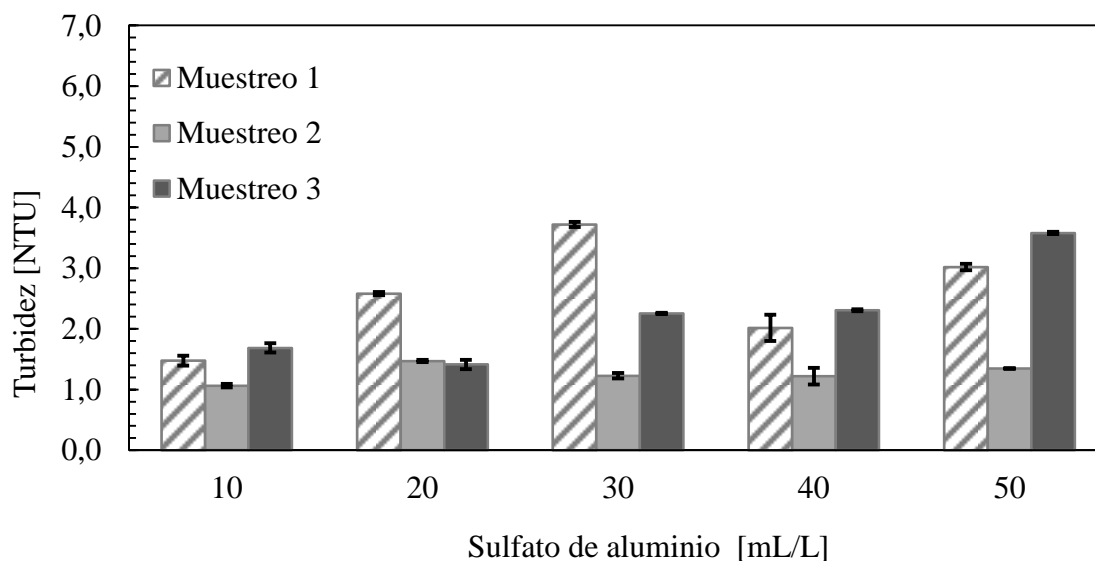


Figura 3. Turbidez de muestras puntuales de agua del Río Monjas con respecto a la concentración de Sulfato de Aluminio mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mgO₂/L; Segundo muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mgO₂/L; Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mgO₂/L.

Tabla 4. ANOVA de los datos de turbidez

Fuente	S.C	G. Libertad	C.M	F. Calculado	F. Teórico	C.V	Sy
Total	2,32	29					
Tratamientos	1,64	9	0,18	6,79	2,46	11,75	0,09
Bloques	0,19	2	0,10	3,61	3,55		
E. Exp	0,48	18	0,027				

Tabla 5. Rangos de los diferentes tratamientos obtenidos del análisis de medias de turbidez por medio de las comparaciones por el método de Duncan

Rangos	A	AB	BC	BC	BC	CD	CD	CD	D	D
Tratamientos	M1	M3	S1	M4	M2	S2	S4	S3	M5	S5
Promedios	0,92	1,18	1,41	1,78	1,79	1,82	1,85	2,4	2,65	2,77
Pro. Transformación datos	0,95	1,08	1,32	1,33	1,34	1,46	1,47	1,63	1,66	1,71

Con los resultados de ANOVA se puede ver que F calculada es mayor que F teórica por lo que si existe diferencia significativa entre todos los tratamientos, a partir de que el resultado dio significativo, se procedió a realizar una prueba de comparación entre medias para obtener el rango, específicamente la prueba de Duncan y como se puede ver en la Tabla 5 el mejor tratamiento de remoción de turbidez es M1 con una concentración de 225 mg/L con 0.92 NTU seguido de M3 con 275 mg/L y promedio de 1.18 NTU. Para sulfato de aluminio el mejor tratamiento es S1 con una dosis de 10 mL/L.

- *DQO*

Con respecto a DQO En la Figura 4 y Figura 5 se puede notar que existe un porcentaje de remoción en promedio del 40% con respecto a todos los tratamientos tanto en moringa como en sulfato de aluminio, es decir, que ninguno tiene una remoción indicada porque ninguno llega a las normas establecidas por el DMQ (Distrito Metropolitano de Quito) que es de 240mg/L, en los dos primeros muestreos se puede ver que el tratamiento S1 con concentración de 10 mL/L se acercó a dicho parámetro. Con respecto al tercer muestreo la muestra de agua sin tratar del Río monjas llego a tener una concentración de 68 mgO₂/L por lo que era inferior a lo establecido por el DMQ, pero a pesar de la baja concentración de la muestra de agua de río muchos de los tratamientos llegaron a remover DQO llegando incluso a valores de 16 mgO₂/L (Arnoldsson et al., 2008).

Tabla 6. Datos del análisis de DQO en cada uno de los tratamientos y la muestra sin tratar

Tratamientos		Concentración	DQO [mg O ₂ /L]			Promedio
			1	2	3	
Moringa	M1	225 mg/L	291,4	339,2	24,1	218,2
	M2	250 mg/L	581,1	499,2	62,7	381,0
	M3	275 mg/L	443,7	408,1	40,0	297,3
	M4	300 mg/L	715,7	521,4	64,7	434,0
	M5	325 mg/L	451,3	434,7	38,1	308,0
Al ₂ (SO ₄) ₃	S1	10 mL/L	244,4	280,3	16,1	180,3
	S2	20 mL/L	287,1	370,3	100,1	252,5
	S3	30 mL/L	305,7	352,5	156,2	271,5
	S4	40 mL/L	351,1	439,2	28,7	273,0
	S5	50 mL/L	497,1	540,3	160,2	399,2
Monjas		-	535,1	514,7	68,7	372,8

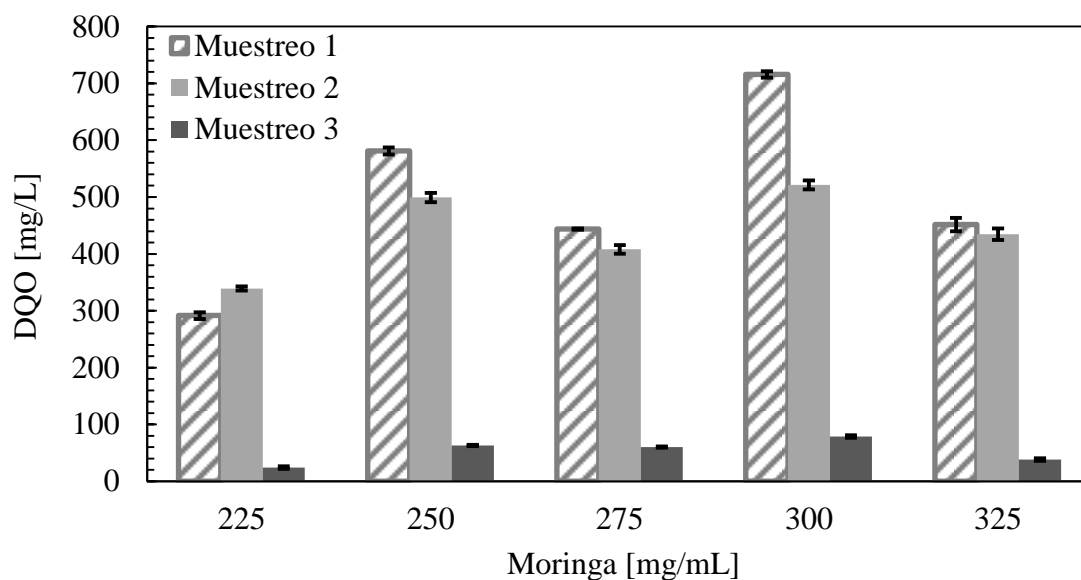


Figura 4.- DQO de muestras puntuales de agua del Río Monjas con respecto a la concentración de Moringa mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mgO₂/L; Segundo

muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mg O₂/L;
Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mgO₂/L.

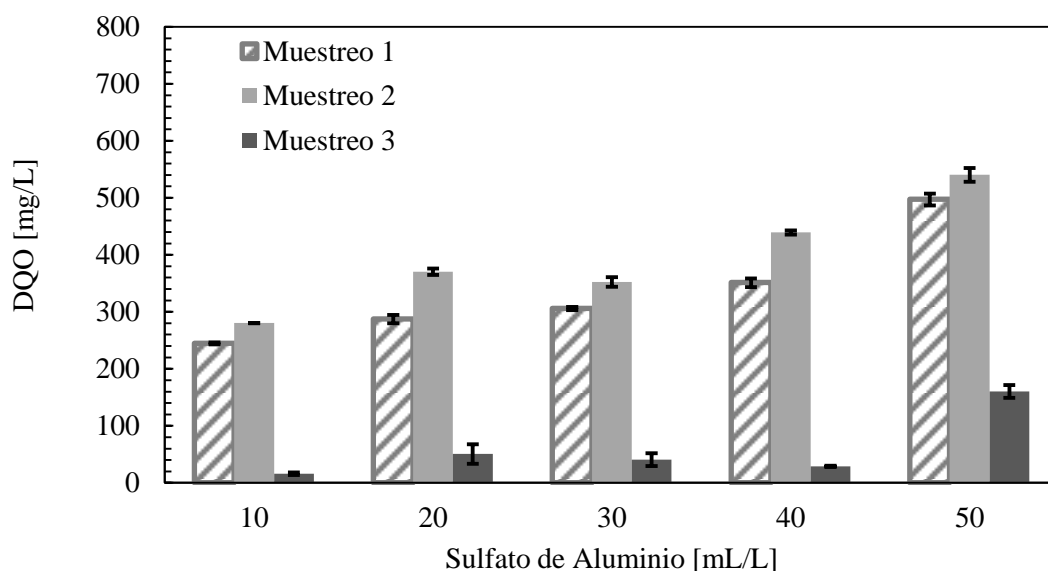


Figura 5.- DQO de muestras puntuales de agua del Río Monjas con respecto a la dosificación de Sulfato de Aluminio mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mg O₂/L; Segundo muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mg O₂/L; Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mg O₂/L.

Tabla 7. ANOVA de los datos de DQO

Fuente	S.C	G. Libertad	C.M	F. Calculado	F. Teórico	C.V	Sy
Total	1273,81	29					
Tratamientos	147,36	9	16,37	3,22	2,40	14,01	1,30
Bloques	1034,91	2	517,46	101,76	2,4		
E. Exp.	91,53	18	5,09				

Tabla 8. Rangos de los diferentes tratamientos obtenidos del análisis de medias de turbidez por medio de las comparaciones por el método de Duncan

Rangos	A	A	A	A	A	A	A	B	B	B
Tratamientos	S1	M1	S3	S2	M3	S4	M5	M2	S5	M4
Promedios	180	218	233	236	238	273	308	381	399	484
Pro. transformación datos	12,1	13,5	15,0	15,4	15,9	16,1	16,3	18,1	19,2	19,4

Los datos de que arroja el ANOVA muestra la diferencia que existe entre muestreos o repeticiones, y esto se debe a que los datos de iniciales de DQO en entre las muestras del Río Monjas eran diferentes gracias a las condiciones iniciales del agua en los diferentes muestreos, pero al tomar en cuenta el factor de variación de los muestreos o repeticiones se logró obtener una diferencia significativa entre los tratamientos ,igualmente se realizó un análisis entre las medias para sacar el rango entre tratamientos y así sacar estadísticamente un tratamiento óptimo. El resultado fue que S1 con una concentración de 10 mL/L es el mejor tratamiento ya que en promedio tuvo 180 mgO₂/L y un porcentaje de remoción del 60% seguido de M1 con 225 mg/L que con un promedio de 218 mgO₂/L removiendo un porcentaje del 50%.

- *E. Coli*

Para *E. Coli* se puede notar en la Figura 6 y Figura 7 que tanto la moringa y el sulfato de aluminio tienen agentes bactericidas que permiten la muerte de la bacteria, y es evidenciable en los resultados. En promedio la moringa tiene una remoción del 70% aproximadamente, esto se debe a que la moringa genera una disrupción de la membrana debido a ciertos compuestos como por ejemplo isotiocianato de bencilo, las cuales producen una inhibición en enzimas esenciales para los procesos metabólicos del *E. Coli*, mientras que el sulfato de aluminio tiene una remoción de 80% debido a la concentración de sal de aluminio , la cual también genera una disrupción por la concentración de los iones de aluminio (Kwame & Nkrumah, 2009; Nasser & Bafoutch, 2014; Yang et al., 2014) . Además, se puede notar una tendencia en la moringa ya que a medida que la concentración aumenta también aumenta la remoción de *E. Coli* mientras que en el sulfato de aluminio se puede ver que el tratamiento S1 con una concentración de 10 mL/L es aquel que marca una tendencia de mejor eficiencia frente a los demás tratamientos de sulfato de aluminio (Molona, 2011).

Tabla 9. Datos del análisis de *E. Coli* en cada uno de los tratamientos y la muestra sin tratar

Tratamientos		Concentración	<i>E. Coli</i> [UFC]			Promedio
			1	2	3	
Moringa	M1	225 mg/L	205	78	150	144,3
	M2	250 mg/L	190	76	123	129,7
	M3	275 mg/L	129	73	115	105,7
	M4	300 mg/L	95	68	104	89,0
	M5	325 mg/L	70	64	72	68,7
Al ₂ (SO ₄) ₃	S1	10 mL/L	10	9	12	10,3
	S2	20 mL/L	45	34	136	71,7
	S3	30 mL/L	40	31	113	61,3
	S4	40 mL/L	39	95	81	71,7
	S5	50 mL/L	72	129	128	109,7
Monjas		-	1000	1000	1000	1000

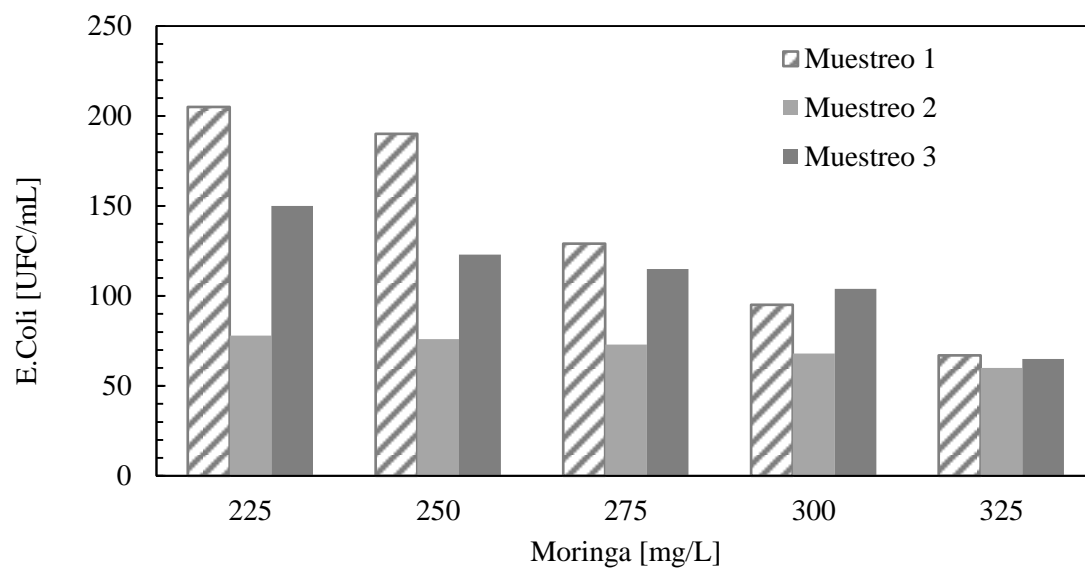


Figura 6.- *E. Coli* de muestras puntuales de agua del Río Monjas con respecto a la concentración de Moringa mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mgO₂/L; Segundo muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mgO₂/L; Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mgO₂/L.

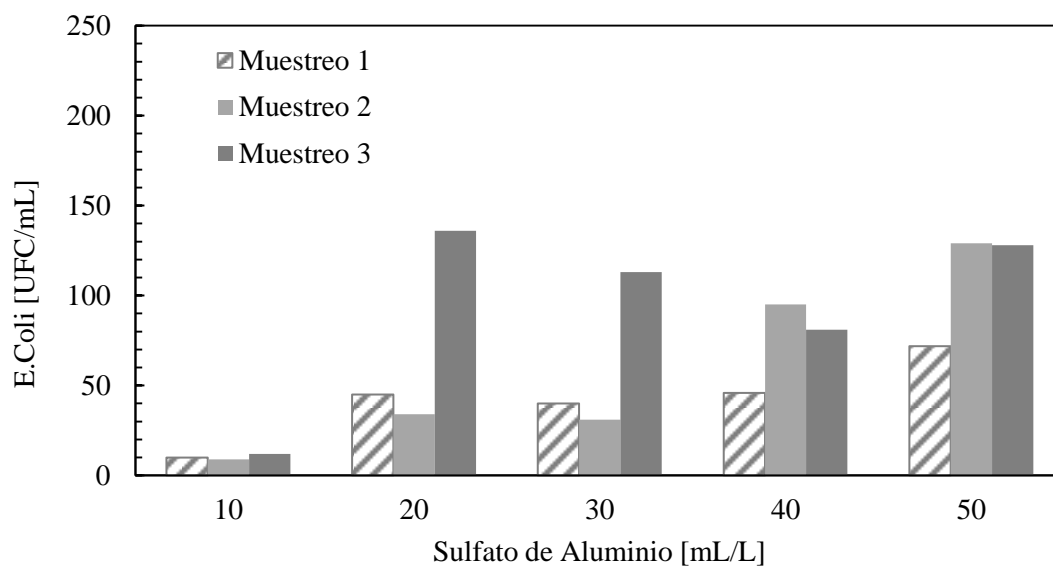


Figura 7.- *E. Coli* de muestras puntuales de agua del Río Monjas con respecto a la concentración de Sulfato de Aluminio mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mgO₂/L; Segundo muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mgO₂/L; Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mgO₂/L.

Tabla 10. ANOVA de los datos de *E. Coli*

Fuente	S.C	G. Libertad	C.M	F. Calculado	F. Teórico	C.V	Sy
Total	239,90	29					
Tratamientos	158,61	9	17,62	5,33	2,46	20,19	1,05
Bloque	21,83	2	10,91	3,30	3,55		
E. Exp	59,46	18	3,30				

Tabla 11. Rangos de los diferentes tratamientos obtenidos del análisis de medias de *E.coli* por medio de las comparaciones por el método de Duncan

Rangos	A	B	BC	BC	BCD	BCD	BCD	BCD	CD	D
Tratamientos	S1	S3	M5	S2	S4	M4	M3	S5	M2	M1
Promedio	10,3	61,3	64	71,7	74	89,0	105,7	109,7	129,7	144,3
Pro. Transformación datos	3,3	7,5	8,0	8,1	8,5	9,4	10,2	10,4	11,2	11,8

Con el respectivo ANOVA, los datos tienen diferencia significativa ya que F calculado es mayor al F teórico, realizando las comparaciones entre tratamientos con Duncan nos dio lo siguiente: S1 con una concentración de 10 mL/L es el mejor tratamiento para remover *E. Coli* con un promedio de 10.3. UTC alcanzado en los muestreos, mientras que M5 es la que más removió, con una concentración 325 mg/L es el mejor tratamiento para remoción de *E. Coli* entre tratamientos de moringa.

- *pH*

Con respecto al pH, en los datos obtenidos se puede observar en la Figura 8 que la moringa logra mantener un pH entre 7.7- 7.4 después del tratamiento, no se distingue una diferencia marcada entre los diferentes tratamientos de moringa y dichos datos no son diferentes al pH de las muestras sin tratar del Río Monjas, esto evidencia que la moringa actúa como buffer en el proceso de coagulación-floculación manteniendo las medidas de pH en un rango similar al de la muestra inicial (Idris & Jami, 2016; Kwame & Nkrumah, 2009). En la Figura 9, el sulfato de aluminio evidencia que no mantiene un pH similar al de la muestra sin tratar debido a que al aumentar la concentración de sulfato de aluminio disminuye el pH. Esto se debe a que la solución del sulfato de aluminio es una solución ácida por lo que acidifica la muestra y disminuye de ese modo el pH como se puede distinguir en la figura 9 (Dehghani & Alizadeh, 2016).

Tabla 12. Datos del análisis de pH en cada uno de los tratamientos y la muestra sin tratar.

Tratamientos		Concentración	Muestreo			Promedio
			1	2	3	
Moringa	M1	225 mg/L	7,59	7,71	7,47	7,59
	M2	250 mg/L	7,54	7,65	7,47	7,55
	M3	275 mg/L	7,55	7,72	7,4	7,56
	M4	300 mg/L	7,56	7,69	7,56	7,60
	M5	325 mg/L	7,54	7,7	7,56	7,60
Al ₂ (SO ₄) ₃	S1	10 mL/L	4,31	4,15	6,74	5,07
	S2	20 mL/L	3,94	3,88	6,09	4,64
	S3	30 mL/L	3,92	3,82	5,35	4,36
	S4	40 mL/L	3,63	3,48	4,31	3,81
	S5	50 mL/L	3,38	3,03	3,97	3,46
Monjas		-	7,53	7,76	7,52	7,60

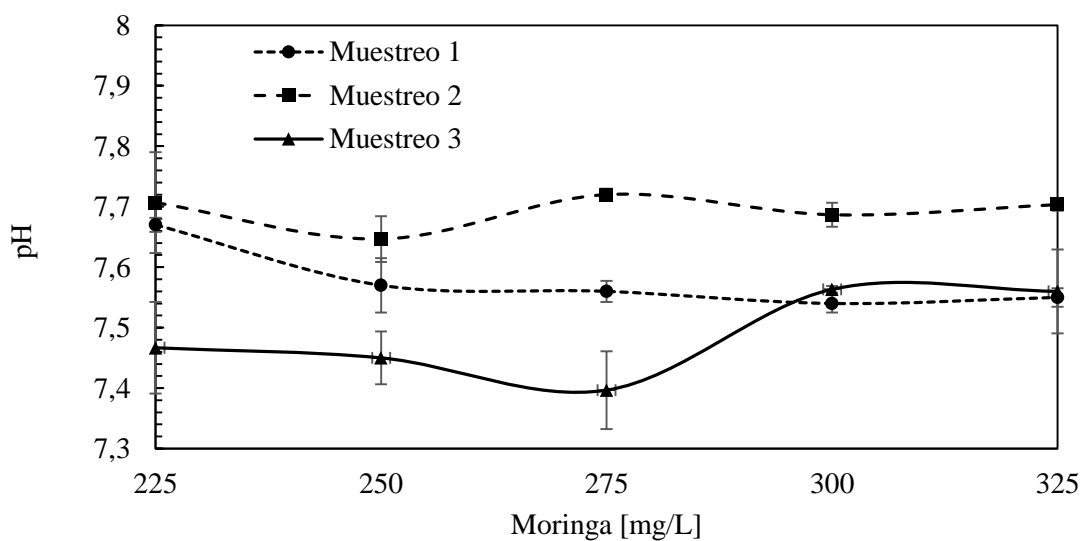


Figura 8.- pH de muestras puntuales de agua del Río Monjas con respecto a la dosificación de moringa mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mgO₂/L; Segundo muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mgO₂/L; Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mgO₂/L.

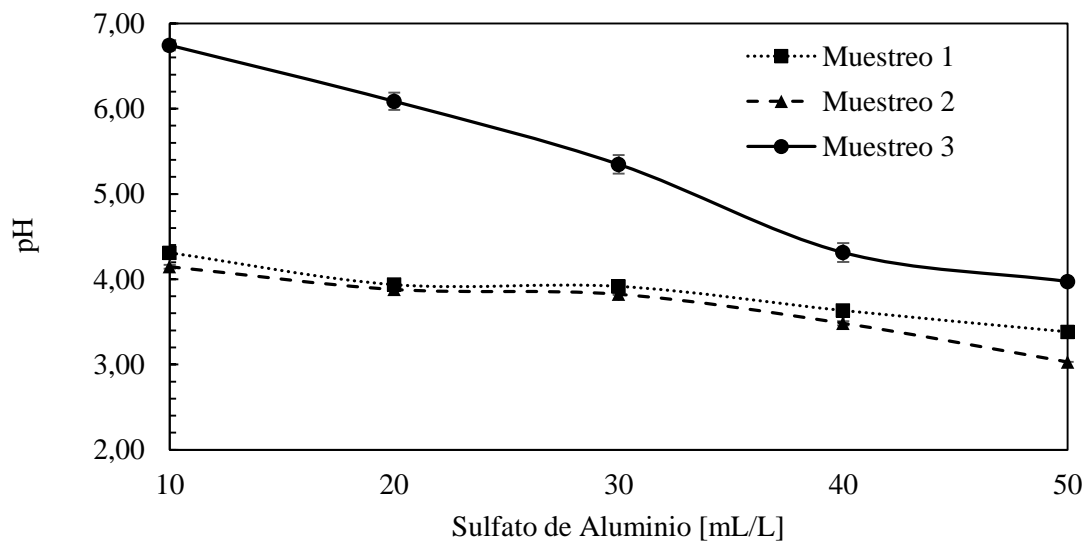


Figura 9.- pH de muestras puntuales de agua del Río Monjas (Ver Figura MAPA) con respecto a la concentración de Sulfato de Aluminio mediante tratamiento final. Primer muestreo: realizado el 26/11/2016, turbidez inicial de 15,03 NTU; pH de 7,53 y DQO 535 mgO₂/L; Segundo muestreo: realizado el 15/12/2016, turbidez 9,01NTU, pH de 7,76 y DQO 515 mgO₂/L; Tercer Muestreo: realizado el 20/01/2017, turbidez 9,39 NTU, pH de 7,52 y DQO 68 mgO₂/L

4.- Conclusiones

En base a lo observado, se logró obtener una disminución de remoción de contaminantes en el agua con respecto a las condiciones iniciales del agua del Río Monjas en cada uno de los tres muestreos. Con respecto a las medidas de turbidez existe una diferencia significativa entre los tratamientos, siendo superior el tratamiento M1 con una concentración de 225 mg/L y un promedio de remoción del 90% seguido de S1 con una concentración de 10 mL/L y promedio de remoción del 86%; en DQO existe una diferencia significativa entre tratamientos pero menos marcada que en la turbidez, el mejor tratamiento fue S1 con un promedio de 180 mg O₂/L que es aproximadamente 60% de remoción seguido de M1 con un 50% de remoción; en cuanto a *E. Coli* hay diferencia significativa entre los tratamientos siendo S1 superior con promedio de 10,3 UFC y un promedio de remoción del 99% , teniendo una superioridad aproximada del 20% al 40% con respecto a los demás tratamientos, mientras que la moringa mostraba una mejor remoción de *E. Coli* a medida que aumentaba la dosis. Con respecto a las mediciones de pH, la moringa actúa como buffer y mantiene el pH entre 7,4 y 7,7 que el sulfato de aluminio disminuye el pH a medida que aumenta la concentración. Con el análisis de datos se puede recomendar para próximas investigaciones que la concentración con mejor rendimiento es M1 con una concentración de 225 mg/L para *Moringa oleifera* Lam. y S1 con una concentración de 10 mL/L para sulfato de aluminio.

5.- Referencias Bibliográficas

- Aho, I., & Agunwamba, J. (2014). Open Access Use of Water Extract of Moringa Oleifera Seeds (WEMOS) in Raw Water Treatment in Makurdi , Nigeria ., (2), 50–53.
- Ali, G. H., & Taweel, G. E. E. L. (2007). International Journal of Environmental The cytotoxicity and antimicrobial efficiency of Moringa oleifera seeds extracts, (September 2013), 37–41. <https://doi.org/10.1080/0020723042000189877>
- Arnoldsson, E., María, B., Matsinhe, N., & Kenneth, P. (2008). Assessment of drinking water treatment using Moringa Oleifera natural coagulant Värdering av Moringa Oleifera för fällning av dricksvatten, 137–150.
- Baghvand. (2010). Optimizing Coagulation Process for Low to High Turbidity Waters Using Aluminum and Iron Salts. American Journal of Environmental Sciences, 6(5), 442–448. <https://doi.org/10.3844/ajessp.2010.442.448>
- Bichi, M. H. (2013). A Review of the Applications of Moringa oleifera Seeds Extract in Water Treatment. Civil and Environmental Research, 3(8), 1–11.
- Çabuş, N., Oğuz, E., Tufan, A., & Adıgüzel, E. (2015). A histological study of toxic effects of aluminium sulfate on rat hippocampus. Biotechnic & Histochemistry, 90(2), 132–139. <https://doi.org/10.3109/10520295.2014.965277>
- Dehghani, M., & Alizadeh, M. H. (2016). The effects of the natural coagulant Moringa oleifera and alum in wastewater treatment at the Bandar Abbas Oil Refinery, 3(4), 225–230. <https://doi.org/10.15171/EHEM.2016.24>
- Effendi, H., Sari, R. D., & Hasibuan, S. (2015). Moringa oleifera, 15(April), 20–23.
- Eliana, N. P. (2007). Validación de la efectividad de la semilla de Moringa oleifera como coagulante natural del agua, destinada al consumo humano, Morocelí, Honduras.
- García-Fayos, B., Arnal, J. M., Monforte-Monleon, L., & Sancho, M. (2015). Alternatives to the use of synthetic organic coagulant aids in drinking water treatment: improvements in the application of the crude extract of Moringa oleifera

- seed. *Desalination and Water Treatment*, 55(13), 3635–3645.
<https://doi.org/10.1080/19443994.2014.939487>
- Ghebremichael, K. A., & Hultman, B. (2004). Alum sludge dewatering using *Moringa oleifera* as a conditioner. *Water, Air, and Soil Pollution*, 158(1), 153–167.
<https://doi.org/10.1023/B:WATE.0000044852.23764.9c>
- Golestanbagh, M., Ahamad, I. S., Idris, A., & Yunus, R. (2011). Effect of storage of shelled *Moringa oleifera* seeds from reaping time on turbidity removal, 597–603.
<https://doi.org/10.2166/wh.2011.035>
- Idris, M. A., & Jami, M. S. (2016). *Moringa Oleifera* Seed Extract : A Review on Its Environmental Applications, 11(6), 1469–1486.
- Kwame, B., & Nkrumah, K. (2009). The effects of the seed powder of *Moringa Oleifera* Lam. on the quality of wastewater used for vegetable farming in the Kumasi Metropolis, (March).
- Martha, M., Arreola, S., Ramón, J., & Canepa, L. (2014). metálicos en el tratamiento de aguas superficiales, 17(2).
- Mendoza, I., Fernández, N., & Ettiene, G. (2000). Uso de la *Moringa oleifera* como coagulante en la potabilización de las aguas Use of *Moringa oleifera* as coagulant in the water treatment, 8(August), 235–242.
- Mohammad, T. A., Mohamed, E. H., Megat Mohd Noor, M. J., & Ghazali, A. H. (2013). Coagulation activity of spray dried salt extracted *Moringa oleifera*. *Desalination and Water Treatment*, 51(7–9), 1941–1946.
<https://doi.org/10.1080/19443994.2012.715435>
- Molona, L. (2011). Las Semillas de *Moringa Oleifera* Lam. como alternativa de Coagulante Natural para Purificación de Agua. Universidad Industrial de Santander.
- Morales, A., Méndez, N., & Tamayo, D. (2009). Tratamiento de Aguas Residuales de Rastro mediante Semillas de *Moringa Oleifera* LAM como Coagulante. *Tropical and Subtropical Agroecosystems*, 10, 523–529.
- Muyibi, S. A., Mohd. Noor, M. J. M., Leong, T. K., & Loon, L. H. (2002). Effects of Oil Extraction from *Moringa Oleifera* Seeds On Coagulation Of Turbid Water.

International Journal of Environmental Studies, 59(2), 243–254.

<https://doi.org/10.1080/00207230210924>

- Nahum, J. (2014). Coagulantes-Floculantes Órganicos e Inorgánicos Elaborados de Plantas y del Reciclaje de la Chatarra, para el Tratamiento de Aguas Contaminadas. Universidad Pedagógica Nacional Francisco Morazán.
- Nasser, A., & Bafoutch, M. (2014). Propiedades fungicida , bactericida y aglutinante de las semillas de Moringa oleifera Lam. Universidad Central “marta Abreu” de Las Villas.
- Ndabigengesere, a., & Narasiah, K. S. (1998). Use of Moringa Oleifera Seeds as a Primary Coagulant in Wastewater Treatment. *Environmental Technology*, 19(8), 789–800. <https://doi.org/10.1080/09593331908616735>
- Quirós-Bustos, N., Vargas, M., & Jiménez, J. (2010). Extracción y análisis de polimeros obtenidos a partir de varios productos naturales, para ser usados como potenciales floculantes en el tratamiento de agua para consumo humano, 1–30.
- Sanchez, M., Beltran, H., & Perez, A. (2012). Improvement of the flocculation process in water treatment by using Moringa Oleifera seed extract, 29(3), 495–501.
- Sanchez, O. (2017). *Introducción al Diseño Experimental*. Ecuador: Giro Creativo.
- Shapally, P. (2012). Application of Moringa Seed Extract for Activated Sludge Thickening, (November), 1–72. Retrieved from http://www.ceme.uwa.edu.au/__data/assets/pdf_file/0011/2239526/Shapally_Thesis-Submission.pdf
- Silvan, R. S., Ramón, J., Canepa, L., & Hernández, R. (2012). Mezclas con Potencial Coagulante para Clarificar Aguas Superficiales, 28(3), 229–236.
- Taylor, P., Bongiovani, M. C., Camacho, F. P., Nishi, L., & Ferri, P. (2014). Improvement of the coagulation / flocculation process using a combination of Moringa oleifera Lam with anionic polymer in water treatment, (June), 37–41. <https://doi.org/10.1080/09593330.2014.899398>
- Yang, Z., Degorce, J., Yang, H., Guiblal, E., Li, A., & Cheng, R. (2014). Flocculation of Escherichia coli Using a, (50633030). <https://doi.org/10.1021/es500415v>

6.- Anexo

Anexo 1. Trabajo exploratorio de diferentes dosis de *Moringa oleifera* Lam. en un litro para la remoción de turbidez

Tabla 13.- Turbidez de aguas poco turbias con diferentes dosis de moringa

Cantidad	Turbidez	
1500	7,05	6,113
1000	5,46	6,01
750	6,42	4,957
500	2,91	2,02
250	0,74	1,053
50	2,07	4,23
0	1,07	3,727
	Planta Piloto	Papallacta

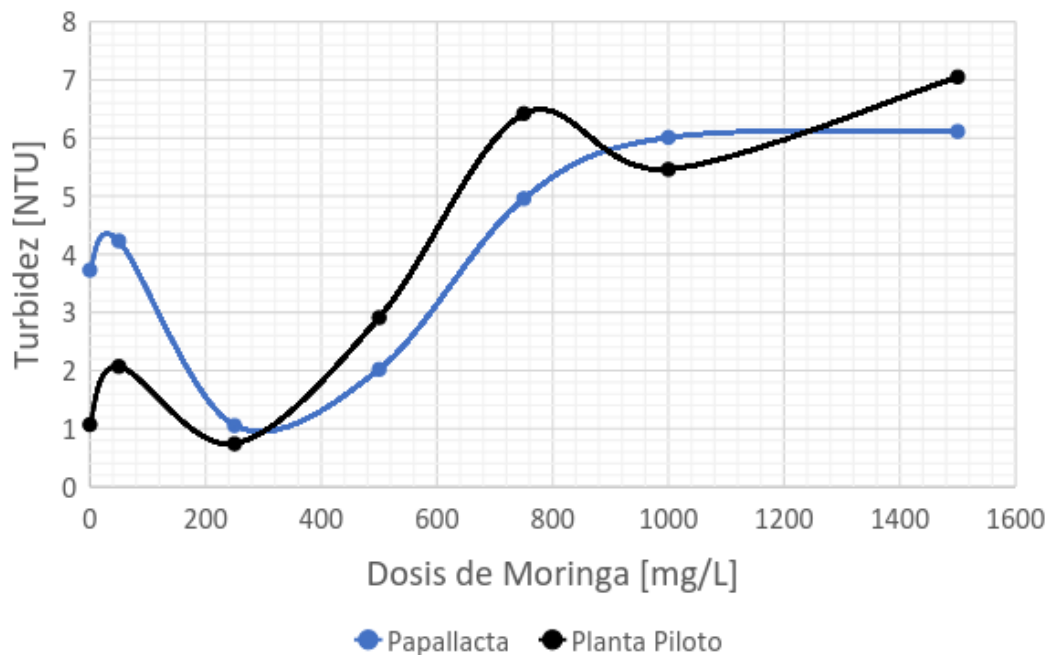


Figura 10. Turbidez de aguas poco turbias con diferentes dosis de moringa

Anexo 2. Estándar para las soluciones y para la medición de DQO

Este método describe el procedimiento para la determinación de la Demanda Química de Oxígeno mediante el método colorimétrico.

1. Alcance:

El método de demanda química de oxígeno se aplica a muestras de aguas residuales, en un rango de trabajo de 50 a 1000 mg/L.

Principio del Método

La mayor parte de la materia orgánica resulta oxidada con una mezcla a ebullición de los ácidos crómico y sulfúrico. Se somete a reflujo una muestra en una solución ácida fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$). Después de la digestión el $K_2Cr_2O_7$ no reducido que quede se determina colorimétricamente y se

calcula la materia orgánica oxidable en términos de equivalente de oxígeno. El tiempo estándar de reflujo es de 2 horas y puede reducirse si se ha demostrado que un periodo más corto produce los mismos resultados. Los vasos de reacción colorimétrica son ampollas de cristal selladas o tubos de cultivo tapados. El consumo de oxígeno se mide a 600 nm con espectrofotómetro y el empleo de una curva de calibración.

Definición

Aguas Residuales: Aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarios, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

2. Aparatos y Equipos

2.1 Materiales

- a. Tubos de digestión de boro silicato con tapones de rosca forrados con TFE.

2.2 Equipos

- a. Reactor de digestión, que funcione a $150^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- b. Espectrofotómetro, para usar a 600nm con portaceldas para tubos.
- c. Micropipeta, de capacidad 5mL
- d. Estufa para secar a $103 - 105^{\circ}\text{C}$
- e. Balanza analítica con precisión 0.1 mg.
- f. Termómetro calibrado, para verificar el Reactor de Digestión.
- g. Termohigrómetro, calibrado

3. Reactivos

3.1 Sustancias y Reactivos

- a. **Solución de digestión:** añadir a 500 mL de agua destilada 10.216 gramos de $K_2Cr_2O_7$ patrón primario, previamente secados a $150^\circ C$ por 2 horas aproximadamente, 167 mL de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y 33.3 gramos de $HgSO_4$. Disolver, enfriar a temperatura ambiente y aforar a 1000mL.
- b. **Reactivo de ácido sulfúrico:** Añadir Ag_2SO_4 grado reactivo con Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) concentrado a razón de 5.5 gramos de Ag_2SO_4 por cada Kg de H_2SO_4 (c). deje en reposo de uno a dos días hasta disolver el sulfato.
- c. **Estándar de Ftalato Ácido de Potasio, KHP:** Secar a $120^\circ C$ por alrededor de dos horas. Disolver 425 mg en agua destilada y diluir a 1000 mL. 1 mg de KHP es equivalente teóricamente a 1.176 mg de Oxígeno y ésta solución presenta un valor teórico de 500 mg/L de Demanda Química de Oxígeno (DQO). Ésta solución es estable hasta 3 meses cuando se mantiene en refrigeración, en ausencia de crecimiento biológico visible.

4. Condiciones Ambientales

El rango de temperatura ambiente para realizar las determinaciones debe estar entre 15 y $30^\circ C$, y la humedad relativa máxima del 70%.

En caso de que el ítem de ensayo haya sido refrigerado, dejar estabilizar al menos una hora aproximadamente previo a la realización del análisis.

5. Descripción

5.1 Recolección, preservación, transporte y almacenamiento de muestras:

Recolectar por lo menos 100 mL de agua (Muestra Simple o Compuesta) en envases de polietileno o vidrio. Transportar las muestras bajo baño de hielo. Analizar la muestra lo más pronto como sea posible o adicionar H₂SO₄ hasta pH < 2 y refrigerar. Se recomienda analizar la muestra hasta en 7 días o máximo en un plazo de hasta 28 días después de la toma de la muestra en caso de haber sido preservada. Las muestras una vez receptadas en el proceso de laboratorio se las identifican unívocamente y se manipulan correctamente según el Procedimiento Operativo OP 5.8 “Procedimiento de Manejo de muestras” La preparación de la muestra se describe en este procedimiento.

5.2 Verificaciones Antes de Realizar el Análisis

- Verificar que las Condiciones Ambientales se encuentren dentro de lo establecido Verificar la disponibilidad de Equipos, reactivos, insumos, etc., requeridos.
- Verificar que el bloque de Digestión se encuentre a 150±2°C.

5.3 Preparación de la muestra

5.3.1 Preparación de los tubos de digestión:

Lavar con ácido sulfúrico al 20% antes del primer uso. Colocar dentro del tubo limpio y seco 1.5 mL de la solución de digestión y 3.5 mL del reactivo de ácido sulfúrico lentamente por la pared del tubo, con lo que se encuentran listos para ser utilizados en el análisis.

5.3.2 Tratamiento de la muestra:

Medir 2.5 mL de muestra homogenizada previamente y colocar en el tubo de digestión que contiene los reactivos, tapar y mezclar completamente antes de aplicar calor para evitar el calentamiento local del fondo del tubo y una posible reacción explosiva, tener en cuenta que se calienta el tubo por lo que se debe usar guantes adecuados. Ubicar los tubos en el digestor, precalentado a $150\pm 2^{\circ}\text{C}$ y dejar en reflujo por dos horas. Enfriar a temperatura ambiente y colocar los tubos en la rejilla.

5.3.3 *Determinación de la reducción de dicromato:*

Quitar los sólidos que se adhieran a la pared del envase mediante golpes suaves. Limpiar e insertar el tubo en el porta celdas en donde se encuentra la trayectoria de la luz del espectrofotómetro ajustado a 600nm. Leer la absorbancia y comparar con la curva de calibración.

5.3.4 *Lectura de la absorbancia de los tubos*

Encender el equipo y esperar 5 minutos para que la lámpara se caliente, cargar el programa con la curva del método de DQO aguas residuales, programar la secuencia de muestras que se van a correr, colocar el porta celdas y finalmente iniciar la secuencia de lectura una vez que haya guardado la misma.

5.3.5 *Preparación de la curva de calibración:*

Preparar al menos 4 patrones de la solución Ftalato ácido de potasio con DQO equivalentes que oscilen entre 50 y 1000 mg/L. Utilizar los mismos volúmenes de reactivos, los mismos tubos y el mismo procedimiento de digestión que para las muestras.

Con los estándares preparados, se programa mediante el software del equipo, la calibración y las lecturas de las muestras que se van a analizar.

Para la aceptación de la curva de calibración elaborada se seguirá los criterios de aceptación y rechazo establecidos.

5.4 Obtención de los Resultados

$$C[\text{mg de DQO/L}] = L * f$$

Donde:

L= Lectura obtenida de la curva de calibración del equipo en [mg/L]

f= Factor de dilución.

5.5 Registro de Observaciones y Resultados

Para muestras que tengan menos de 50.0 mg/L reportar como <50.0 mg/l.

5.6 Interferencias

Existen numerosos factores que afectan al método, para lo cual se debe proceder de la siguiente manera para asegurar los resultados:

Los compuestos alifáticos de cadena lineal volátiles no se oxidan de forma apreciable, esto ocurre en parte porque los componentes orgánicos volátiles están presentes en forma de vapor y no entran en contacto con el líquido oxidante. Los compuestos alifáticos de cadena lineal se oxidan con mayor eficacia cuando se añade sulfato de plata (Ag_2SO_4) como catalizador. Sin embargo, el Ag_2SO_4 reacciona con el cloro, bromo y el yodo para producir precipitados oxidados solo parcialmente. Las dificultades causadas por haluros pueden ser superadas mediante la formación de un compuesto con el sulfato de mercurio (HgSO_4) antes del

reflujo, la concentración de cloruros en la muestra debe ser menor a 2000 mg/L para poder utilizar este procedimiento.

5.7 Medidas de seguridad a Observar

a) Equipo de seguridad

El personal que trabaja en el área de análisis debe usar según sea necesario el siguiente equipo de seguridad:

- Mandil
- Gafas protectoras
- Mascarilla
- Guantes de látex o de nitrilo
- Zapato bajo que cubra todo el pie

b) Ambiente de Trabajo

- Se debe trabajar en un ambiente claro y ventilado.
- Se debe mantener al área limpia y despejada.

c) Equipos y Materiales

- Para la manipulación de los equipos utilizados se debe revisar y ejecutar lo contenido en los respectivos manuales e instructivos.
- Se debe poner especial cuidado en el manejo y almacenamiento del material de vidrio evitando utilizar los que se encuentren rotos o trizados.

6. Fuentes de Incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre de este método son las siguientes:

- Incertidumbre en la preparación de estándares
- Incertidumbre debido al peso
- Incertidumbre del método
- Incertidumbre por el factor de dilución de la muestra