TÉCNICAS DE LABORATORIO E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS STAR

GREPALMA

GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

Qca. DIANA CAROLINA HERNÁNDEZ
TECNOVA LTDA

CONTENIDO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

1. Conceptos Generales

2. Medición de Parámetros y Caracterización STAR

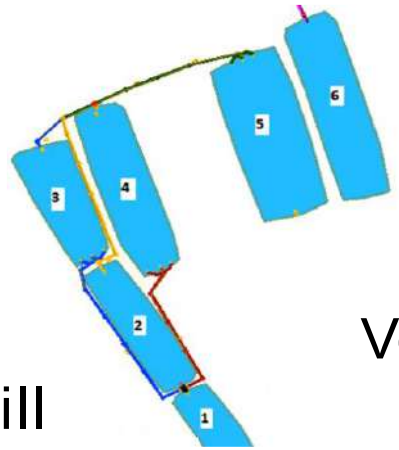
3. Interpretación de Resultados

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

CONCEPTOS GENERALES

DIAGRAMA GENERAL DE UN SISTEMA DE TRATAMIENTO DE EFLUENTES

POME
(Palm Oil Mill Efluent



Vertimiento

Planta extractora

STAR

Disposición final

CONCEPTOS CLAVE

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

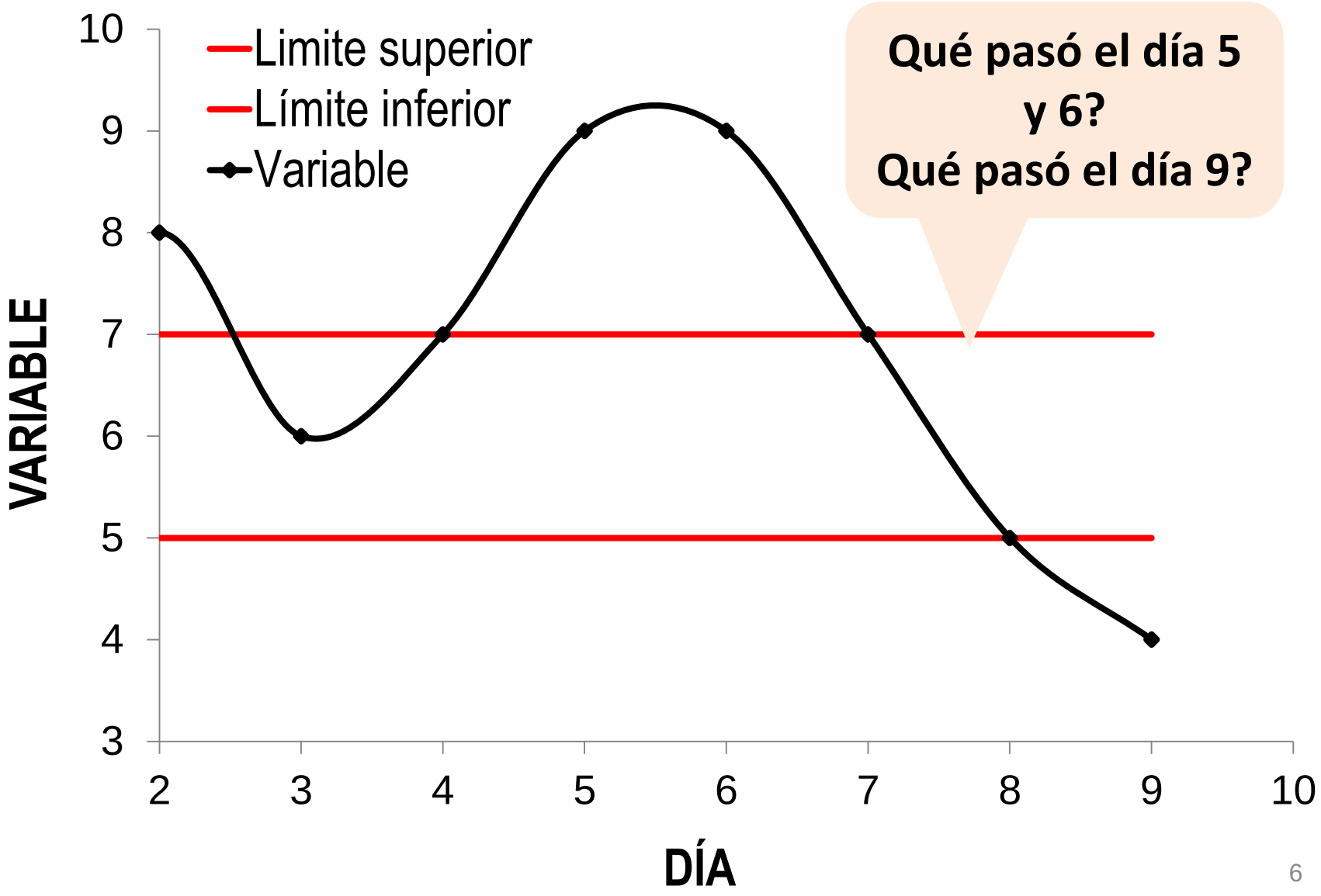
MONITOREAR

Acción de inspeccionar variables y parámetros de proceso a fin de establecer si se encuentran en su **estado ideal o si requieren un AJUSTE.**

CONTROL

Mantener el proceso en un comportamiento estable y en condiciones ideales, por medio del análisis de información y la toma de decisiones **basada en resultados.**

GRÁFICOS DE CONTROL



MUESTREO

¿QUÉ ES UNA MUESTRA?

Parte representativa del material a estudiar,en la cual se analizarán los parámetros de interés.

IMPORTANCIA DEL PLAN DE MUESTREO

- El objetivo es obtener una muestra representativa del proceso, y en una cantidad suficientemente pequeña que facilite su manejo, sin afectar la precisión del resultado.

TIPOS DE MUESTRAS

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

COMPUESTO

Unión de submuestras recolectadas en **diferentes puntos.**

PUNTUAL

Muestra recolectada en un **tiempo específico**. Refleja circunstancias particulares del proceso para el momento de su recolección.

SIMPLE

Muestra recolectada en **un solo punto**.

ACUMULADO

Muestra compuesta por submuestras tomadas en **diferentes momentos**.

MUESTREO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

PRECAUCIONES EN LOS MUESTREOS

- Tipo de Recipiente.
- Preparación del Recipiente.
- Herramienta adecuado para toma de muestra (Toma-muestra) adecuado.
- Adición de Conservantes/Preservantes

ERRORES COMUNES DURANTE EL MUESTREO

- Contaminación.
- Oxidación.
- Cambios de Humedad.
- Pérdida de partículas volátiles o de poco peso.

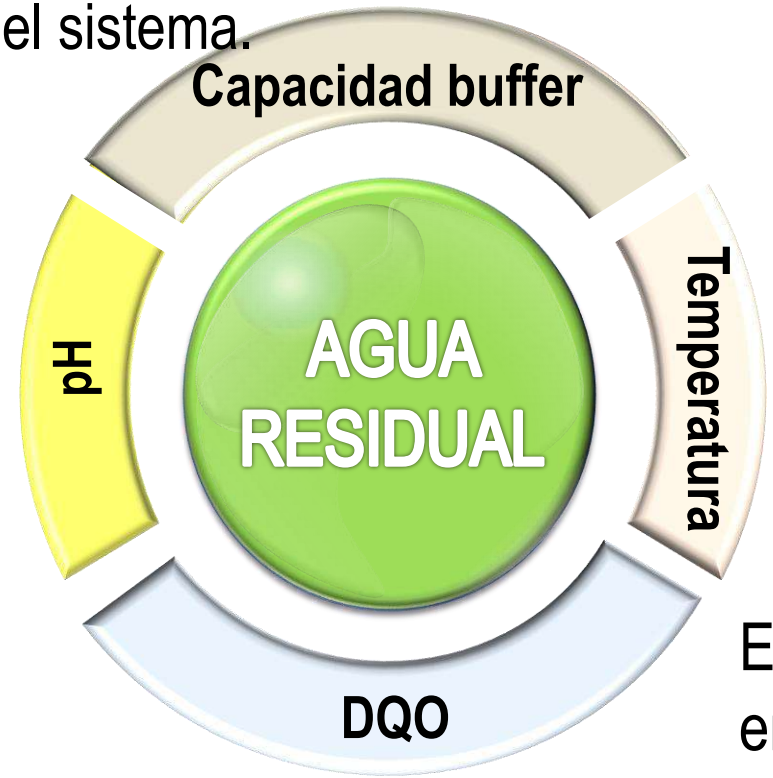
El resultado depende el 80% del muestreo

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

MEDICIÓN PARÁMETROS DE CARACTERIZACIÓN STAR

PARÁMETROS DE CARACTERIZACIÓN DE STAR

Capacidad de amortiguamiento del sistema.



Acidez o alcalinidad del sistema, favorece la actividad microbiana.

Impacta actividad biológica

Eficiencia del sistema en la remoción de materia orgánica (Impacto ambiental).

PARÁMETROS DE CARACTERIZACIÓN DE STAR

Capacidad Buffer

- Capacidad de los sistemas anaerobios para neutralizar la carga ácida del efluente.
- Indica el nivel de saturación de un sistema.

Temperatura

- La temperatura del POME está entre 53-77°C
- Se debe reducir la temperatura del vertimiento, a un gradiente $\Delta T<7°C$
- ΔT = **T** Vertimiento - **T** Punto de disposición

DQO

- Se expresa en mg de Oxigeno por mililitro de efluente.
- Expresa la cantidad de oxígeno requerida para oxidar la carga orgánica contenida en el efluente.
- El POME tiene una DQO entre 45.000-232.000 mg O2/ml

PARÁMETROS DE CARACTERIZACIÓN DE STAR

pH

- El pH se debe controlar tanto por el impacto al medio ambiente, como por la actividad microbiana.
- A pH bajos (<6) las bacterias metanogénicas reducen su actividad en las lagunas anaerobias.
- El pH del sistema va aumentando a medida que la carga orgánica es digestada.
- **pH típicos de cada etapa**
- Ecualización: pH 5
- Anerobias: pH 6-7
- Facultativa: pH 7-8

DETERMINACIÓN pH

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

MATERIALES Y EQUIPOS

pH-metro

Vaso de precipitado o Beaker

Soluciones patrón

Solución de KCL

PROCEDIMIENTO MEDICIÓN pH

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

1. Verifique que el pH-metro se encuentre calibrado y limpio (soluciones patrón).

2. Deposite la muestra en un beaker y homogenice.

3. Introduzca el electrodo en la muestra.

4. Haga la lectura del pH en la pantalla de equipo, en cuanto se haya estabilizado la indicación.

VALORES DE CONTROL PARA pH

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

Punto	Parámetro	Valor de control	Tipo de muestra	Frecuencia
Entrada lagunas anaerobias	pH	> 5	Puntual, simple	Cada 2 días Diaria
Salida lagunas anaerobias	pH	6-7		
Salida lagunas facultativas	pH	7-8		

DETERMINACIÓN CAPACIDAD BUFFER

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

MATERIALES Y EQUIPOS

pH-metro

Vaso de precipitado o Beaker

Pipeta graduada

PROCEDIMIENTO DETERMINACIÓN CAPACIDAD BUFFER

1. Centrifugar 200 ml de muestra por cinco minutos a 3.000 rpm, si hay presencia de aceite.

2. Medir **50 ml** de efluente centrifugado (se toma el sobrenadante y se desecha el precipitado) en una pipeta aforada.

3. Medir el pH de la muestra con el potenciómetro (pHmetro).

4. Titular con ácido Clorhídrico 0,1 N midiendo al mismo tiempo el pH hasta alcanzar un valor de 5.75 y registrar el volumen consumido.

5. Sobre la misma muestra seguir titulando con el ácido 0,1 N hasta alcanzar un pH de 4,3 y Registrar el volumen consumido.

CÁLCULO CAPACIDAD BUFFER

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

$$Capacidad\ Buffer = \frac{AGV}{ABV}$$

AGV = ácidos grasos volátiles
ABV = alcalinidad bicarbonática verdadera

$$AGV\ (meq) = \frac{(ml\ pH\ 4{,}3) - (ml\ pH = 5{,}75) * N(Ácido) * 1000}{ml\ de\ muestra}$$

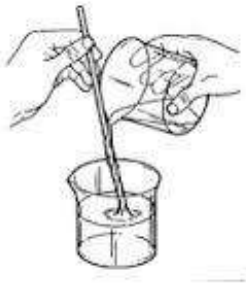
$$ABV\ (meq) = \frac{ml\ Ácido\ consumidos\ (pH = 5{,}75) * N\ (Ácido) * 1000}{ml\ de\ muestra}$$

VALORES DE CONTROL CAPACIDAD BUFFER

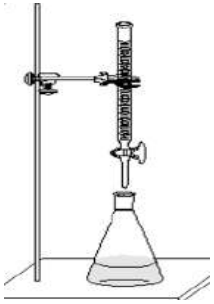
Punto	Valor de control	Tipo de muestra	Frecuencia
Descarga lagunas anaerobias	0.2 - 0.3	Puntual, simple	Cada 2 días

DETERMINACIÓN DQO REFLUJO ABIERTO

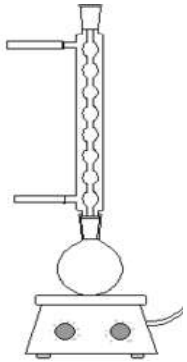
1. Preparación de reactivos



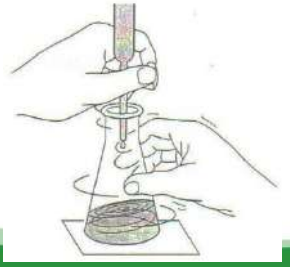
2. Estandarización de soluciones



3. Reacciones



4. Titulación del dicromato residual



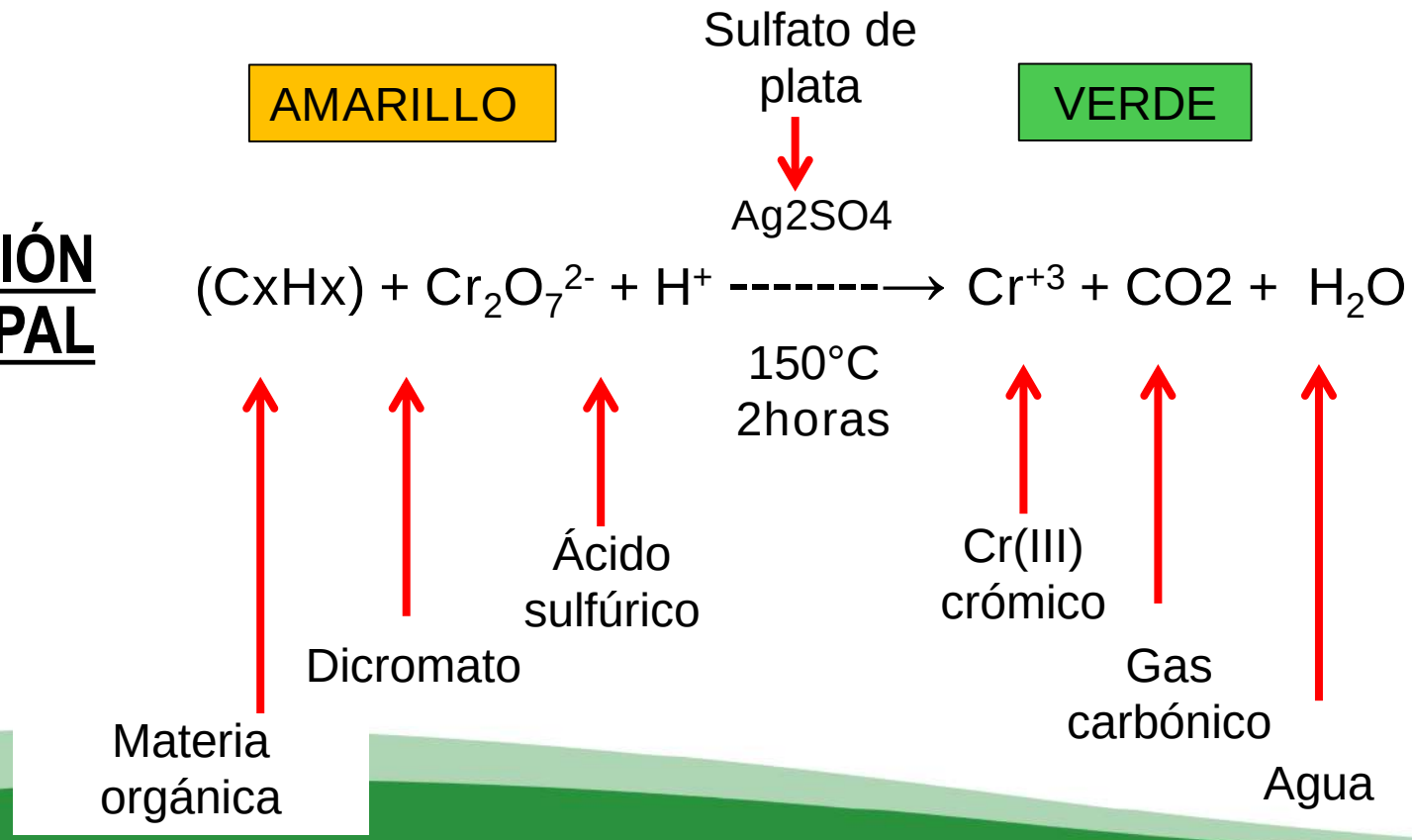
GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

1. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

FUNDAMENTOS

La DQO se determina por la oxidación de la materia orgánica por medio de un agente oxidante fuerte, Dicromato de potasio (k2CrO7) y catalizada por sulfato de plata (Ag2SO4), en medio ácido.
Esta reacción se lleva a cabo a 150°C durante 2 horas.

REACCIÓN PRINCIPAL



FUNCIÓN DE CADA REACTIVO EN LA DETERMINACIÓN DE DQO

Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$): Agente que oxida la materia orgánica en medio fuertemente ácido, en un sistema de reflujo abierto.

Ácido sulfúrico (H_2SO_4): Se adiciona para mantener las condiciones de acidez necesarias para la reacción de oxidación.

Sulfato de plata ($AgSO_4$): Agente catalizador. Acelera la reacción.

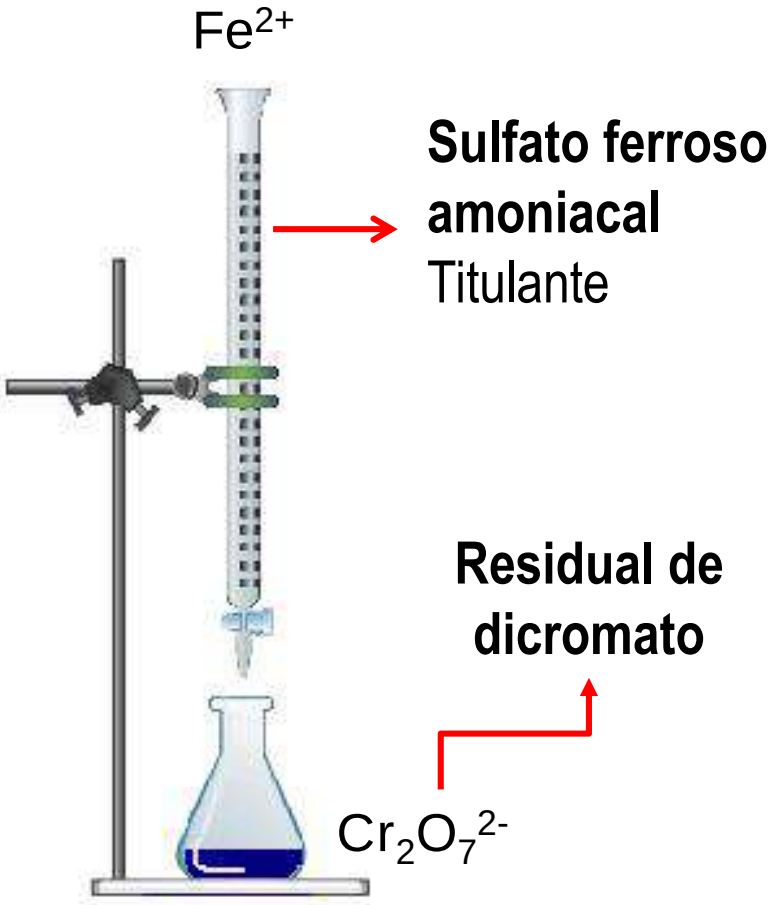
Sulfato mercúrico ($HgSO_4$): Remueve la interferencia de los cloruros.

TITULACIÓN DEL DICROMATO RESIDUAL CON SULFATO FERROSO AMONIACAL (FAS)

Sulfato ferroso amoniacal (FAS):

Después de la reacción de oxidación, el exceso de dicromato es titulado con Sulfato ferroso amoniacal.

La DQO se determina indirectamente por medio del residual de $K_2Cr_2O_7$.



PREPARACIÓN SULFATO DE PLATA EN ÁCIDO SULFÚRICO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

1. Pesar 5,06 g de sulfato de Plata. (Evite contacto con este producto, en caso de ello, lavar con abundante agua).

2. Transferir a un balón aforado de 500 ml, lavando varias veces con ácido sulfúrico.

3. Completar con ácido sulfúrico concentrado hasta la señal de enrase, tan lentamente como sea posible.

4. Agitar suavemente hasta disolver la totalidad del sulfato de plata.

5. Almacenar la solución en un frasco ámbar, rotular y guardar en un lugar fresco y oscuro. (2 DÍAS)

PREPARACIÓN SOLUCIÓN DICROMATO DE POTASIO 0,25 N

1. Pesar 18-20 g de dicromato de potasio y llevar al horno para secarlo durante 2 horas a 105 ° C.

2. Transcurrido este tiempo, retirar la cápsula del horno y llevar al desecador hasta total enfriamiento (Aproximadamente 30 min).

3. Tarar en la balanza otra cápsula de porcelana limpia y seca.

4. Pesar exactamente 12,259 g de Dicromato de potasio seco.

5. Agregar aproximadamente 25 ml de agua destilada a la cápsula y disolver.

6. Traspasar los productos con el mayor cuidado a un balón aforado de 1000 ml, lavando varias veces la cápsula y aforar con agua destilada hasta la marca. Almacenar

PREPARACIÓN SOLUCIÓN DE SULFATO FERROSO AMONIACAL (FAS) 0,05 N

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

1. En la boca del balón aforado de 500 ml, se hace un cono con papel filtro que haga las veces de embudo.

2. Tarar el balón aforado con el papel filtro.

3. Pesar 9,8 g de sulfato ferroso amoniacal a la mayor exactitud.

4. Lavar el producto con agua destilada, permitiendo que el agua y el reactivo escurran dentro del balón y se disuelva completamente.

5. Medir 2 ml de Ácido Sulfúrico concentrado al 98% y agregarlos al balón aforado, por las paredes del mismo.

6. Completar con agua destilada hasta la señal de enrase y Estandarizar la solución preparada.

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

2. ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES

ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES

PARA QUE SE ESTANDARIZA UNA SOLUCIÓN?

- Para conocer su concentración real.

CÓMO SE ESTANDARIZA UNA SOLUCIÓN?

- Mediante la valoración o titulación con una solución patrón.

QUÉ ES UNA SOLUCIÓN PATRÓN?

- Solución de concentración conocida, llamada **PATRÓN PRIMARIO,** que por su especial estabilidad, se emplea para valorar la concentración de otras soluciones, como las disoluciones valorantes.

ESTANDARIZACIÓN SOLUCIÓN DE SULFATO FERROSO AMONIACAL (FAS) 0,05 N

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

1. Tomar un Erlenmeyer de 250 ml limpio y seco.

2. Medir 5 ml de Solución de dicromato de potasio 0,25 N y agregarlos al Erlenmeyer.

3. Medir 10 ml de ácido sulfúrico concentrado al 98% y agregarlo al Erlenmeyer, dejándolo caer por las paredes del mismo.

4. Agregar 2 o 3 gotas de ferroína..

5. Llenar la bureta con la solución de FAS a valorar.

6. Titular gota a gota que cambie de verdoso a café rojizo y registrar el volumen de solución gastado.

ESTANDARIZACIÓN SOLUCIÓN DE SULFATO FERROSO AMONIACAL (FAS) 0,05 N

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

CÁLCULO CONCENTRACIÓN DE FAS

$$[\quad]FAS = \frac{ml\ Dicromato\ de\ Potasio}{Volumen\ FAS\ consumido} X0{,}25$$

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

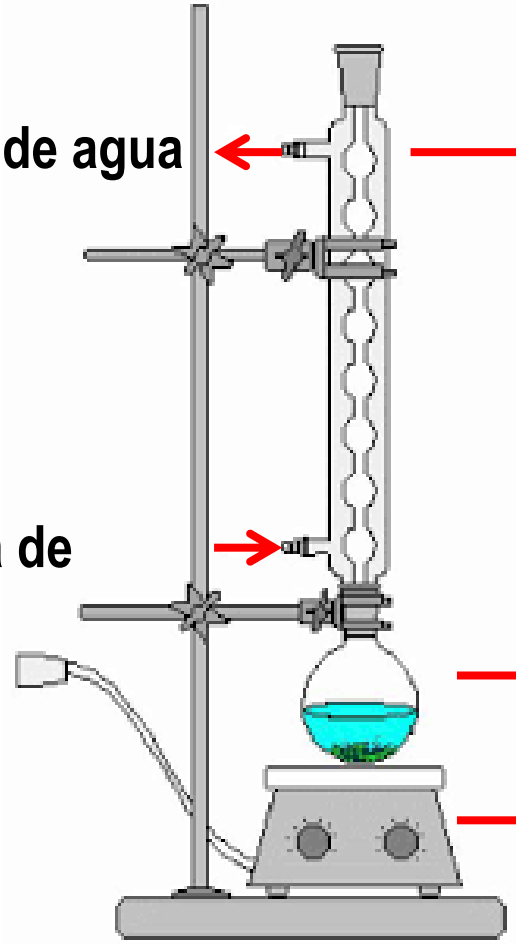
3. PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE DQO

Método reflujo abierto

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE DQO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

EQUIPO DE REFLUJO ABIERTO



Salida de agua

Condensador tipo Graham o serpentín

Entrada de agua

Balón con la muestra

Plancha de calentamiento o estufa

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE DQO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

1. Tomar la muestra y centrifugarla con el fin de retirar el aceite en caso de que esté presente.

2. Si la muestra es muy concentrada, diluir 10 ml de muestra en 100 ml de agua y repetir hasta obtener una muestra clara.

3. Agregar 10 ml de la muestra en el balón con pipeta aforada.

4. Agregar 0,2 g de Sulfato de Mercurio al balón y 5 perlas de Ebullición.

5. Adicionar 1 ml de reactivo de Ácido sulfúrico muy lentamente para disolver el sulfato de mercurio. **Reacción exotérmica.**

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE DQO

6. Adicionar 5 ml de la solución dicromato de potasio 0,25N al balón.

7. Adicionar 14 ml de reactivo de sulfato de plata-ácido sulfúrico por las paredes del balón.

8. Conectar el balón al equipo de reflujo y abrir llave de agua de enfriamiento.

10. Encender estufa por espacio de 2 horas, contados a partir del inicio de la ebullición, después de las cuales se debe dejar enfriar.

PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE DQO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

10. Cuando se encuentre frío, agregar 40 ml de agua por la parte superior del condensador muy lentamente, agitando el balón.

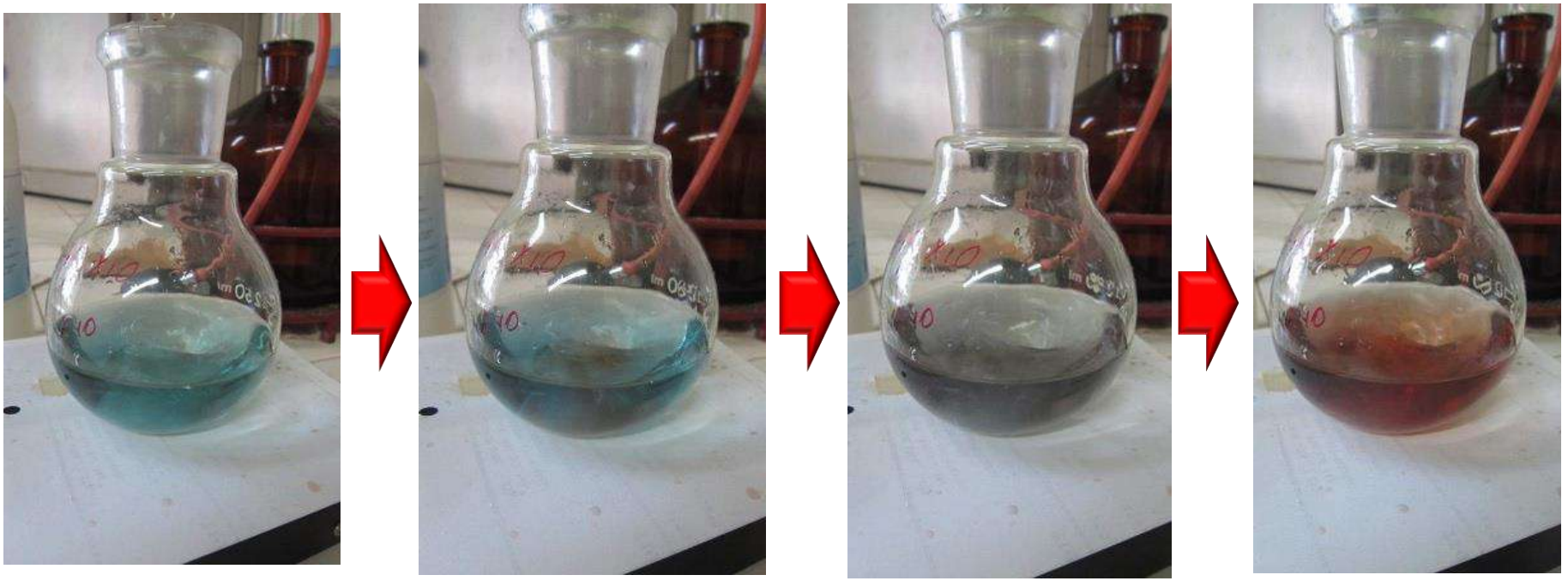
11. Agregar al balón tres gotas de ferroína.

12. Titular con sulfato ferroso amoniacal 0,05 N (FAS), tomando como fin de la titulación el cambio de color azul-verdoso a un café-rojizo.

13. Análisis del blanco. Se deben aplicar todos los pasos descritos, a una muestra de agua destilada, la cual será montada simultáneamente en el sistema de reflujo abierto. Todas las cantidades indicadas se mantienen.

Titulación de la muestra digestada con sulfato ferroso amoniacal FAS.

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA



CÁLCULOS PARA LA DETERMINACIÓN DQO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

$$DQO\ (ppm\ O_2) = \frac{(A - B) * N * 8000 * F}{ml\ de\ muestra}$$

A= Volumen de FAS consumido para el Blanco
B=Volumen de FAS consumido para el agua efluente
N=Normalidad del Fas, de acuerdo a valoración realizada antes de realizar cada ensayo

$$F\ (Factor\ de\ Dilución) = \frac{Volumen\ Total\ de\ Muestra\ Diluída\ (ml)}{Volumen\ Muestra\ Agua\ (ml)}$$

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

4. PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE DQO

Método reflujo cerrado

REACTIVOS

Agente oxidante
Dicromato de potasio

Acondicionador-Medio ácido
Ácido sulfúrico

Catalizador
Sulfato de plata

Acondicionador-Interferencia Cloruros
Sulfato de mercurio

EQUIPOS

REACTOR O CALENTADOR

Se usa para obtener reacciones oxidativas rápidas ya que garantiza:

- ✓ Calentamiento hasta 150°C en menos de 10 minutos.
- ✓ Timer digital. El reactor se **apaga automáticamente** después del periodo de digestión predeterminado.
- ✓ Permite realizar **15 muestras** al mismo tiempo.
- ✓ **Exactitud** de temperatura.
- ✓ **Estabilidad** de temperatura menor que +/-1ºC.
- ✓ Sistema de seguridad que evita sobrecalentamientos.

EQUIPOS

COLORÍMETRO

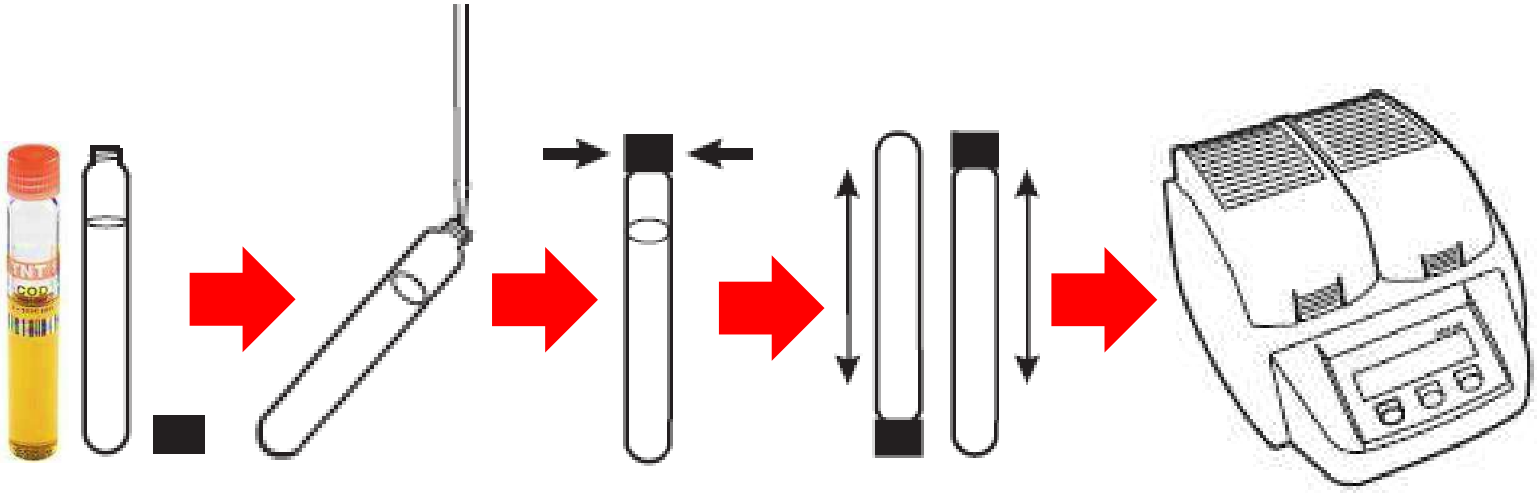
Principio: La absorción de luz de una sustancia es proporcional a su concentración.

- ✓ Según la reacción de reducción, el Cromo pasa de estado hexavalente (VI) a trivalente (III). Ambas especies de Cromo tienen una absorbancia diferente.
- ✓ El equipo finalmente traduce esta medida en términos de mgO2/L o DQO

PROCEDIMIENTO DQO REFLUJO CERRADO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

DIGESTIÓN DE MUESTRAS Y BLANCO



Destapar el tubo de digestión y agregar 0,2ml de muestra para rango alto o 2ml para rango medio

Tapar el tubo y agitar vigorosamente

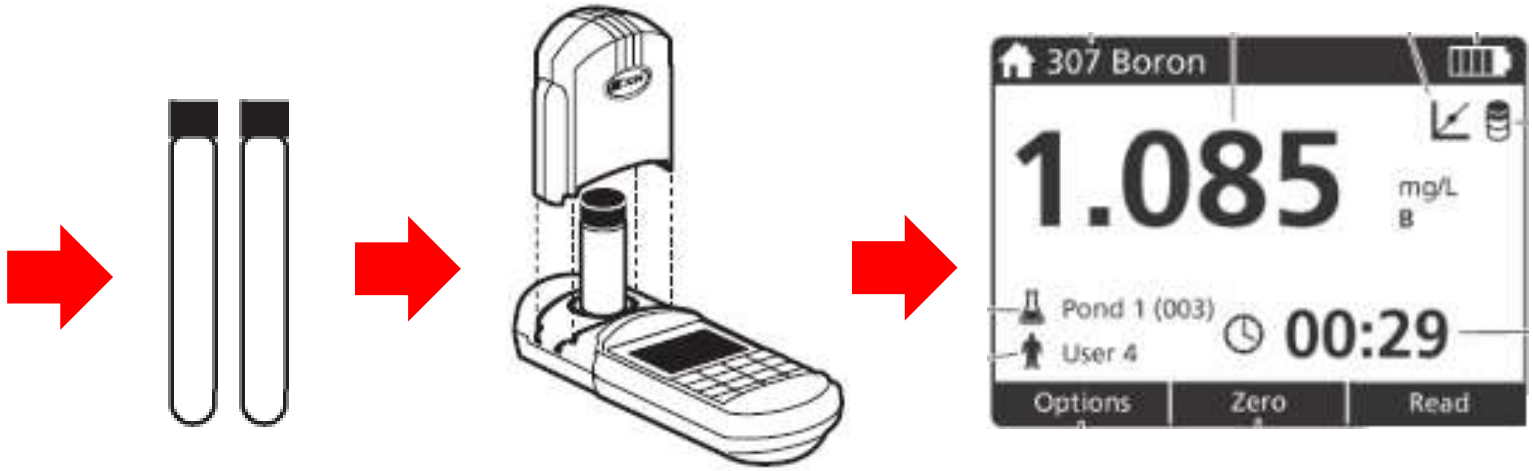
Repetir los pasos anteriores con una muestra de agua destilada (BLANCO)

Introducir las muestras y el blanco en el reactor configurado a 150°C por 2 horas

PROCEDIMIENTO DQO REFLUJO CERRADO

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

LECTURA DEL DQO EN EL COLORÍMETRO



Terminado el tiempo de reacción, dejar enfriar las muestras a T ambiente.

Introducir el blanco en el colorímetro, indicando opción ZERO y después introducir la muestra, indicando la opción READ.

Registrar el valor de DQO arrojado por el equipo.

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

CONTROL EN TRATAMIENTO DE EFLUENTES

PARÁMETRO / VALOR DE CONTROL	ACCIÓN
pH **Anaerobias** 6-8	**pH < 6** ▪ Detener la alimentación de la laguna ▪ Evacuar lodos ▪ Remover la capa superficial ▪ Recirculación Ahogada ▪ Recirculación con lagunas Facultativas ▪ Monitoreo diario

CONTROL EN TRATAMIENTO DE EFLUENTES

PARÁMETRO / VALOR DE CONTROL	ACCIÓN
Capacidad Buffer **Anaerobias** 0.2-0.3	**Capacidad Buffer > 0.3** ▪ Detener la alimentación de la laguna ▪ Evacuar lodos ▪ Remover la capa superficial ▪ Recirculación

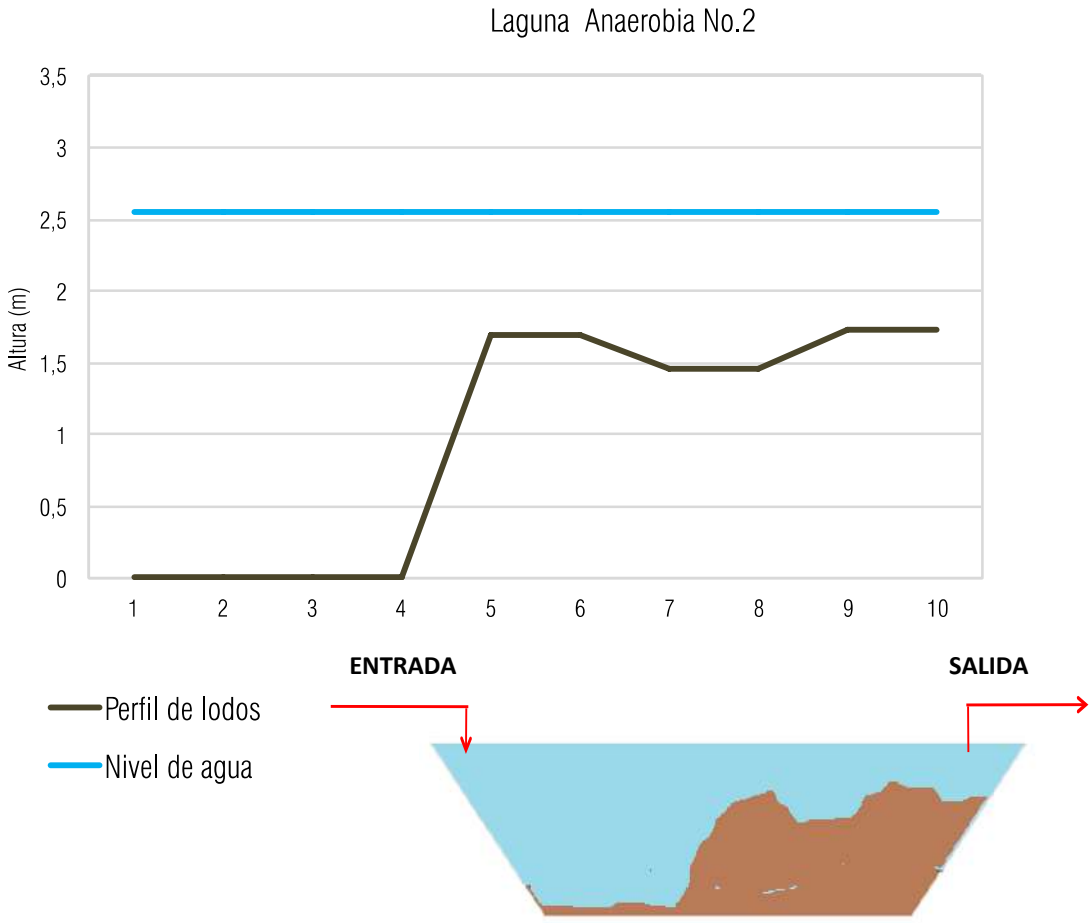
CONTROL EN TRATAMIENTO DE EFLUENTES

PARÁMETRO / VALOR DE CONTROL	ACCIÓN
DQO **>100 mg/l**	**DQO alta** ▪ Evaluar eficiencia de cada laguna. ▪ Evacuar lodos. ▪ Remover capas superficiales. ▪ Revisar fugas de aceite en la planta. ▪ Recirculación aireada (Facultativas), ahogada (Anaerobias) ó entre lagunas. ▪ Evaluar capacidad de remoción del sistema. ▪ Contemplar sistemas complementarios

CONTROL EN TRATAMIENTO DE EFLUENTES

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

Perfil de Lodos



ACCIÓN

Programar retiro de lodos desde la sección 5 a la 10.

OTROS PARÁMETROS EN AGUAS RESIDUALES

SOLIDOS TOTALES Y SUSPENDIDOS

- Altas concentraciones de sólidos pueden depositarse en el fondo de un cuerpo de agua, cubriendo organismos acuáticos, huevos, o larvas.

- Este depósito puede impedir la transferencia de oxígeno y resultar en la muerte de dichos organismos.

- Los sólidos pueden absorber contaminantes que son arrastrados a los cuerpos de agua.

- Los Sólidos Suspendidos Totales (TSS), también conocidos como turbidez, interfieren en la potabilización, ya que le dan mayor resistencia a los microorganismos contra agentes desinfectantes.

NITRITOS, FOSFATOS Y FENOLES

No son comunes en los efluentes de plantas extractoras, están asociados a la ganadería (Nitrilos y fosfatos) y a la industria petroquímicas, químicas y farmacéuticas (Fenoles).

COMPOSICIÓN PROMEDIO POME

PARAMETRO	UNIDAD	RANGO	PROMEDIO
pH	Unidad	3,87 – 5,25	4,55
Temperatura	ºC	53 – 77	67,4
DBO_5	mg/L	18.700 – 175.521	48.873
DQO	mg/L	45.256 – 232.000	79.729,6
Sólidos totales (ST)	mg/L	32.482 – 111.029	45.669,8
Sólidos suspendidos (SS)	mg/L	19.129 – 88.258	35.105
Sólidos disueltos	mg/L	5.150 – 13.074	9.112
Sólidos sedimentables (S. Sed)	ml/h	0 – 1.000	564,2
Sólidos totales volátiles (STV)	mg/L	26.530 – 98.445	48.988
Fósforo total (P total)	mg/L	15,7 – 113,6	66,1
Nitrógeno total (N total)	mg/L	67,5 – 695	284,1
Nitrógeno amoniacal	mg/L	11 – 25,5	18,3
Grasas y aceites	mg/L	5.400 – 19.420	9.611
Acidez total	mg/L	750 – 2.548	1.611
Alcalinidad total	mg/L	0 – 807,3	161,5

GREPALMA
GREMIAL DE PALMICULTORES DE GUATEMALA

Gracias