





MEMORIA FINAL Proyecto Primario 3

PROYECTOS DE INNOVACIÓN E INVESTIGACIÓN APLICADA CON CENTROS

Datos de identificación del proyecto

Integración del Hidrógeno Verde en la Formación Profesional con el Beneficio de Recursos Hídricos

COMUNIDAD AUTÓNOMA:	Galicia		
FAMILIA PROFESIONAL:	Química		
SECTOR O SUBSECTOR:	Químico		
DATOS DEL CENTRO QUE IMPARTE LA ACTIVIDAD			
 XUNTA DE GALICIA CENTRO INTEGRADO DE FORMACIÓN PROFESIONAL POLITÉCNICO DE SANTIAGO 			
NOMBRE:	CIFP Politécnico de Santiago	CÓDIGO:	15015767
E-MAIL:	cifp.politecnico.santiago@edu.xunta.gal	TELÉFONOS:	881867601
OTROS CENTROS PARTICIPANTES:			
<ul style="list-style-type: none"> • CPIFP Corona de Aragón • CPIFP Profesor José Luis Graño 			
EMPRESA/S Y/O ENTIDAD/ES PARTICIPANTES:			
<ul style="list-style-type: none"> • COMPOSTELA MOTOR • EXTRUGASA 			



Índice

Índice.....	2
1. Implementación del equipo de secado en spray para purificación de aguas residuales	3
2. Objetivos 1 y 3: Caracterizar y adecuar el agua, contaminada procedente del proceso de preparación y embellecimiento de vehículos automóviles con productos base agua, para la electrólisis. Estudiando la utilidad de un sistema de secado en spray para éstas y otras aguas residuales.	4
3. Ampliar las capacidades del montaje / maqueta para el secado en spray desarrollado en el anterior proyecto adaptándolo al tratamiento y desinfección de las aguas residuales procedentes del proceso de preparación y embellecimiento de carrocería de la industria del automóvil.....	5
4. Caracterizar y adecuar el agua para la electrólisis, estudiando la utilidad de un sistema de secado en spray para aguas residuales.....	12
PROTOCOLO 1: Determinación de extracto seco	20
PROTOCOLO 2: Determinación de materia orgánica de un agua.....	23
PROTOCOLO 3: Análisis de mezclas. Determinación da alcalinidad de una muestra.	26
PROTOCOLO 4: Determinación de la dureza de un agua.	29
PROTOCOLO 5: Protocolo de uso del equipo FTIR JASCO 4600.	32
Esquema del funcionamiento interno.	32
Preparación previa	33
Preparación de muestras	33
Adquisición del espectro	34
Post-medida	34
Corrección de línea base	35
Normalización	35
Análisis cuantitativo	35
Identificación de grupos funcionales	35
Control de calidad	36
PROTOCOLO 6: Protocolo de Análisis de Elementos por MP-AES 4210.....	37
PROTOCOLO 7: Secado en esprai de una disolución de agua con sal.	41



1. Implementación del equipo de secado en espray para purificación de aguas residuales

Dentro del proyecto 3.2 de obtención de Hidrógeno verde, el CIFP Politécnico de Santiago llevó a cabo la parte del proyecto en la que se evaluó la viabilidad de la técnica de secado en espray para la purificación de aguas residuales/industriales susceptibles de ser empleadas en la obtención de hidrógeno verde. En esta etapa se ha llevado a cabo la aplicación de mejoras que se propusieron en la memoria final del proyecto XXXXXXXX entregada en XXXX de 2025. Atendiendo a la parte de resultados obtenidos por el CIFP Politécnico de Santiago en la citada memoria, se indicó que se obtuvieron una serie de resultados en los que se pudo comprobar que hubo reducciones considerables en las concentraciones de cobre, sal, óxidos de aluminio y materia en suspensión tras tratar aguas procedentes de revelado de circuitos electrónicos, agua de mar, lodos de anodizado y aguas residuales respectivamente. Evidentemente, en esa misma memoria, se indicaron una serie de carencias que presentaba la maqueta de secado en espray construida. A modo de resumen, se indicaron una serie de puntos que podrían mejorar la eficiencia del equipo:

- Mejora del diseño del ciclón
- Empleo de boquillas pulverizadoras por ultrasonidos
- Introducción de un sistema de filtrado de finos.
- Mejora del sistema de condensación.
- Realizar un balance energético y estudiar su escalado.

Atendiendo a las mejoras propuestas, los objetivos que se fijaron a realizar en esta ampliación del proyecto por parte del CIFP Politécnico de Santiago son los siguientes:

Obj 1. Caracterizar y adecuar el agua, contaminada procedente del proceso de preparación y embellecimiento de vehículos automóviles con productos base agua, para la electrólisis. Estudiando la utilidad de un sistema de secado en espray para estas aguas residuales.

Obj. 2. Ampliar las capacidades del montaje / maqueta para el secado en espray desarrollado en el anterior proyecto adaptándolo al tratamiento y desinfección de las aguas residuales procedentes del proceso de preparación y embellecimiento de carrocería de la industria del automóvil.

Obj 3. Caracterizar y adecuar el agua para la electrólisis, estudiando la utilidad de un sistema de secado en espray para aguas residuales.

Obj 4. Explorar la posible valorización de los sólidos obtenidos del secado en espray.

Obj 10. Generar y difundir material didáctico con los conocimientos y experiencias adquiridas.

Obj. 11. Adaptar espacios en el centro para el desarrollo del proyecto.



2. Objetivos 1 y 3: Caracterizar y adecuar el agua, contaminada procedente del proceso de preparación y embellecimiento de vehículos automóviles con productos base agua, para la electrolisis. Estudiando la utilidad de un sistema de secado en spray para éstas y otras aguas residuales.

En la memoria final del proyecto PP32 de Hidrógeno verde, atendiendo a la parte de resultados obtenidos por el CIFP Politécnico de Santiago, se estudió la aplicación de la técnica de secado en spray para la purificación de aguas residuales, con vistas a su posterior empleo en la obtención de hidrógeno verde en sistemas de electrolización. En dicha memoria, se indico que se obtuvieron una serie de resultados en los que se pudo comprobar que hubo reducciones considerables en las concentraciones de cobre, sal, óxidos de aluminio y materia en suspensión tras tratar aguas procedentes de revelado de circuitos electrónicos, agua de mar, lodos de anodizado y aguas residuales respectivamente. En esta ocasión, las aguas que se han elegido para su tratamiento mediante la maqueta del secador en spray son aguas provenientes de la limpieza del baño de cubas de anodizado de aluminio (provenientes de la empresa **Extrugasa**), así como las aguas provenientes del servicio técnico de reparación de carrocería que emplean productos de acabado base agua (provenientes de la empresa Compostela Motor S.A., concesionario oficial SEAT).

Atendiendo a la naturaleza físico-química de cada una de las aguas, es necesario llevar a cabo una serie de análisis para poder determinar cuáles son las condiciones de partida y, por tanto, poder comprobar la eficacia del proceso de purificación de la maqueta de secado en spray.

Atendiendo a la naturaleza de las aguas a tratar se proponen una serie de análisis para poder comprobar los parámetros fisicoquímicos de las aguas de partida. Es, precisamente, la variación en los parámetros realizados analizados en las aguas de partida lo que nos permitirá comprobar y valorar el efecto del secado en spray sobre esas aguas.

- Aguas de limpiado de cubas de anodizado de aluminio.

Para tener una idea de la capacidad de limpieza del proceso de secado en spray, se han escogido los siguientes análisis:

- Determinación del extracto seco.
- Medida del pH
- Medida de la conductividad
- Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR-ATR)
- Determinación de metales por MP-AES (Microwave Plasma-Atomic Emission Spectroscopy).

Este tipo de análisis llevan asociados una serie de procedimientos normalizados de trabajo, que se preparan para que puedan ser ejecutados por el alumnado de Laboratorio de análisis y control de calidad (ver anexos)

- Aguas de pinturas de automoción con base acuosa.

Este tipo de aguas suele estar compuesta por las cargas que suele aportar el color de las pinturas, junto con una serie de restos de resinas y/o disolventes, aunque en una menor proporción. En este tipo de aguas, la presencia de materia orgánica en disolución va a ser mayor que en el caso de las aguas procedentes de las cubas de anodizado. Por esta razón, los análisis de extracto seco, así como el empleo del análisis de

espectroscopía infrarroja serán de gran utilidad para comprobar los posibles efectos producidos por el sistema de secado en spray. En resumidas cuentas, los análisis elegidos son:

- Determinación del extracto seco
- Medida del pH
- Medida de la conductividad
- Análisis por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR-ATR)

3. Ampliar las capacidades del montaje / maqueta para el secado en spray desarrollado en el anterior proyecto adaptándolo al tratamiento y desinfección de las aguas residuales procedentes del proceso de preparación y embellecimiento de carrocería de la industria del automóvil.

Tal y como se ha indicado anteriormente, para mejorar las capacidades de eficacia del sistema de secado en spray se han planteado una serie de modificaciones.

- Mejora del diseño del ciclón

En las pruebas de empleo del secado en spray, realizadas en la primera parte del proyecto, se comprobó que la geometría del ciclón que tiene instalado el sistema de secado en spray, así como el recipiente recolector del material atomizado presentaban una serie de carencias. En la figura 1 se muestra cual debería ser la trayectoria óptima de las partículas para su recolección en el ciclón.

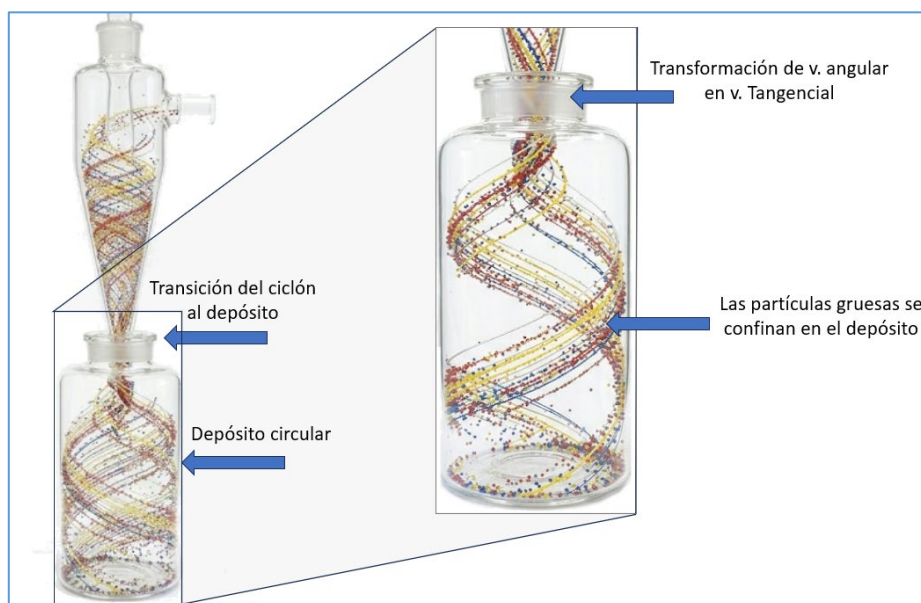


Figura 1. Esquema de la trayectoria de las partículas dentro de un sistema de clasificador ciclónico de partículas.

Como puede comprobarse, la corriente de partículas transforma su velocidad angular ascendente por la pared descendente del cono hasta que cuando se introduce en el depósito cilíndrico éste se transforma en velocidad tangencial radial, reteniendo las partículas. En la figura 2, puede verse como en nuestro ciclón,

desde que se acaba la reducción de diámetro del cono del ciclón hasta que entra en el depósito puede verse, hay una zona de transición cilíndrica, lo que dificulta que las partículas avancen y, por tanto, favorecer la clasificación y retención de partículas tras su formación en la cámara de atomización.



Figura 2. Posicionamiento del ciclón y depósito recolector identificando la zona cilíndrica muerta.

Corrección de la geometría interna del cono del ciclón separador

La sustitución del sistema de secado en espray es demasiado costosa y lenta, por lo que se pensó en actuar sobre la geometría el trayecto de las partículas dentro del ciclón. Con tal motivo se decidió medir la geometría del cono y prolongarla hasta la entrada al depósito mediante la introducción de una pieza auxiliar. En la figura 3 se muestra el diseño CAD de la pieza y como al colocarla dentro del sistema se puede readaptar la geometría del interior del cono y eliminar la zona muerta de transición cilíndrica. Según se ha medido con ayuda de un calibre, la pared del cono tiene un ángulo de $\sim 17^\circ$, y con esa medida se ha codificado la estructura. Al proveerle a la geometría interna de un sistema de doble cono truncado, favorece que la corriente de aire pase de tener una alta velocidad angular a un descenso progresivo que acaba en un incremento súbito de diámetro, favoreciendo que las partículas se proyecten contra las paredes laterales del depósito.

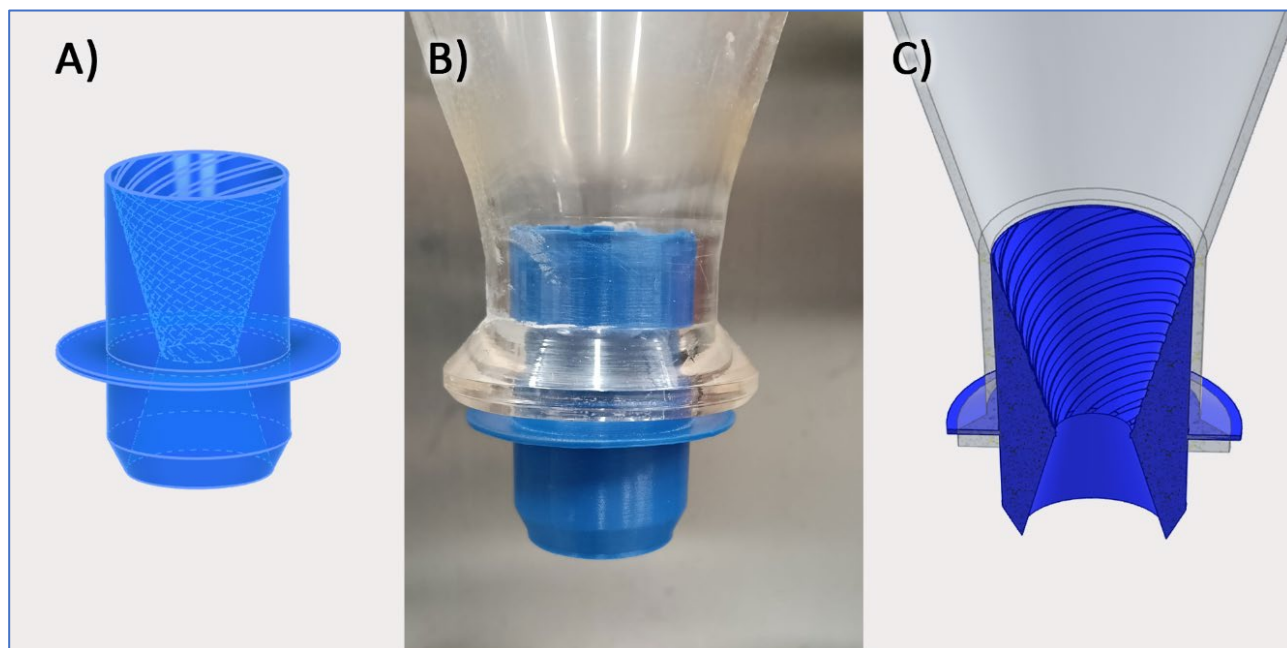


Figura 3. A) Diseño pieza suplementaria para modificar la geometría en el interior del cono del ciclón. B) pieza presentada en el final del cono. C) esquema de como la pieza modifica el cono.

Construcción de un nuevo colector para el ciclón

Otro punto débil del sistema de recolección de partículas, además de la zona de transición cilíndrica, es que el depósito recolector es demasiado estrecho. Atendiendo a esta particularidad, se decidió fabricar un nuevo depósito que permite adaptarse a la variación en la geometría del cono interior del ciclón descrita anteriormente, y acercarse a un sistema de recolección continua. Este nuevo depósito se ha diseñado combinando aluminio y policarbonato. Se han torneado dos piezas de aluminio que posean una geometría apta para la conexión al cono y permitan acoplar en su interior un tubo de metacrilato. Como variaciones sobre el diseño original del depósito recolector, se han aumentado tanto el diámetro como el volumen neto. Tal y como puede observarse en la figura 4, ambas piezas son simétricas y permiten, tanto acoplar el depósito al ciclón como una posible conexión a un conducto de evacuación en la zona inferior. De igual forma, también en la figura 4, la unión con el ciclón y la pieza correctora de la conicidad hace un conjunto de recolección diferente, así como la posibilidad de conectar a tierra las tapas metálicas. Esta conexión a tierra evitaría (llegado el caso) que las partículas se carguen de estática y puedan acumularse en las partes metálicas.

Para la unión de ambas partes se emplean varillas roscadas M6 galvanizadas, de tal forma que el conjunto es fácilmente practicable, ya sea para su mantenimiento, o para aprovechar al máximo el material recuperado en el colector. Ambas partes son simétricas permitiendo, de este modo, que según se desee la parte inferior se pueda dejar abierta, completamente cerrada o con un sistema de descarga continuada, para el cual se fabricarían diferentes piezas atendiendo a la granulometría dominante del polvo obtenido.

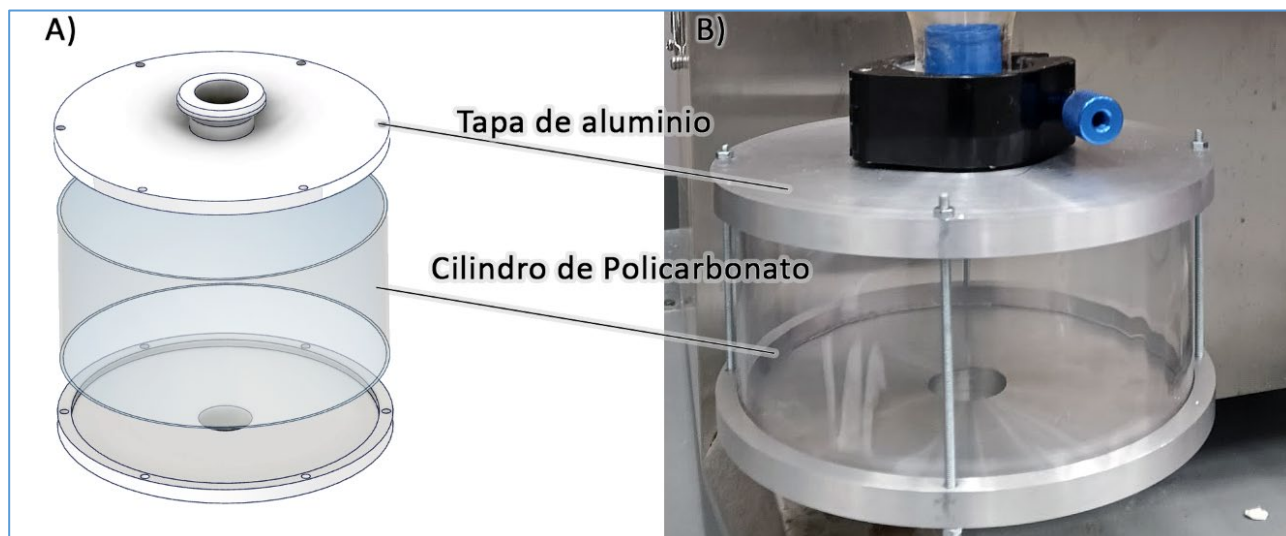


Figura 4. A) Diseño pieza suplementaria para modificar la geometría en el interior del cono del ciclón. B) pieza presentada en el final del cono. C) esquema de como la pieza modifica el cono.

Empleo de boquillas pulverizadoras por ultrasonidos

Con vistas a tener mayor control del tamaño de las gotas durante el proceso de pulverización de las disoluciones en el interior de la cámara caliente, se ha estudiado la posibilidad de incorporar una boquilla diferente. En el equipo original, la boquilla que viene de serie es una boquilla biflujo que genera un patrón de gotas disperso en el que las gotas siguen un patrón de distribución normal de tamaños.

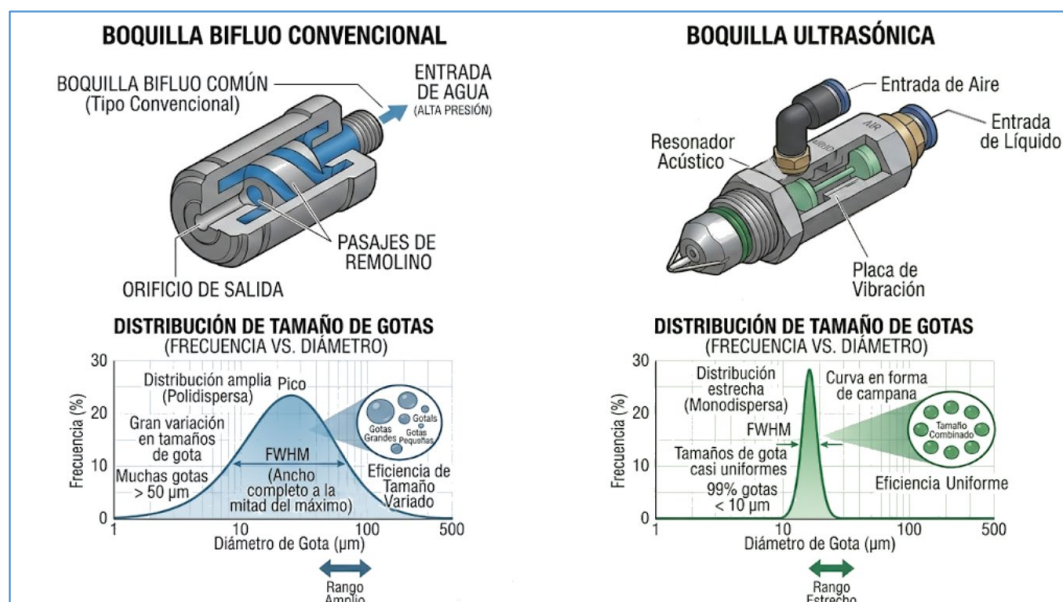


Figura 5. Imagen que compara los patrones de distribución de gotas producidas por boquillas atomizadoras biflujo (izquierda) y boquillas ultrasónicas.

En la figura 5 se compara como serían los patrones de distribución de gotas entre dos boquillas atomizadoras, trabajando una con el sistema bifluído y la otra con el sistema de resonancia ultrasónica. Lo más llamativo de este sistema es que la reducción de la dispersión en la población del tamaño gotas es considerable. Los tamaños que aparecen en la imagen son ilustrativos, ya que, dependiendo de las condiciones de operación (flujo/presión) las medias de las poblaciones pueden desplazarse. De todos modos, la boquilla ultrasónica favorece, en todo caso, un mayor control sobre el tamaño de las gotas pulverizadas.

Con vistas a aprovechar dicha característica, se optó por un modelo de boquilla de ultrasonido con un resonador acústico creado por la circulación del propio aire comprimido por el interior de la boquilla, sin necesidad de usar un resonador eléctrico. Sin embargo, el problema con el que nos hemos encontrado es que esta boquilla requiere de un sistema de alimentación lateral de los fluidos, requiriendo que se tuvieran que hacer modificaciones sustanciales en la pieza suplementaria de aluminio que sostiene la cámara de nebulización. En la memoria justificativa de la primera parte del proyecto 3.2., se fabricó una pieza para poder colocar correctamente la sonda de temperatura lejos del efecto radiante de las resistencias de calefacción. Por esta razón, el posicionamiento de la boquilla hubo de ser desplazado. En esta ocasión se ha adquirido una boquilla nebulizadora accionada por ultrasonidos.

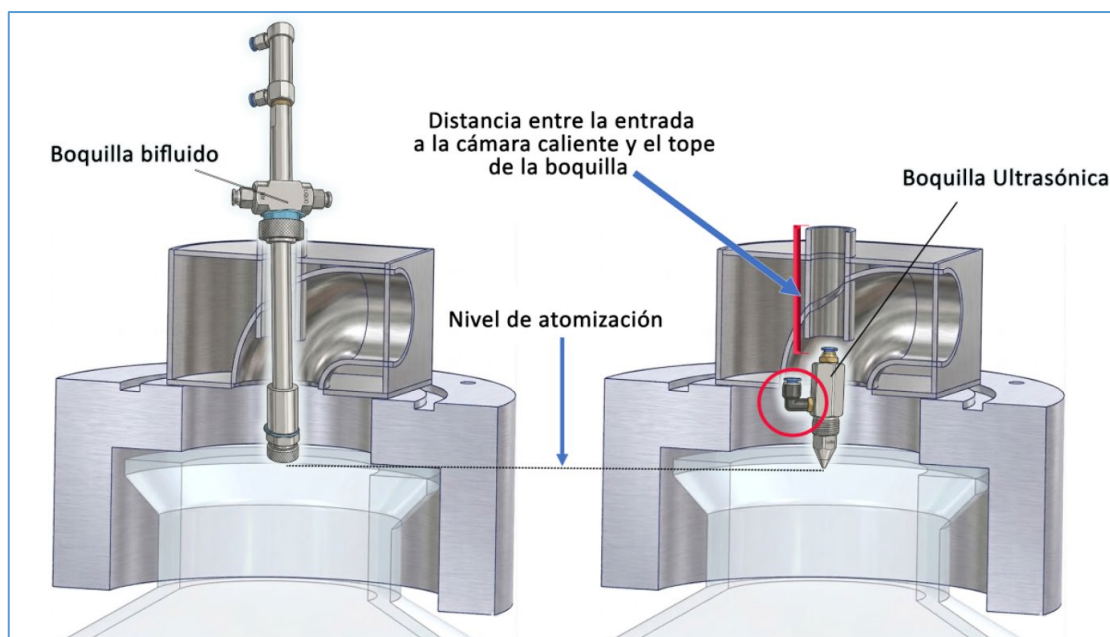


Figura 6. Esquema comparativo del posicionamiento de la boquilla bifluído (izquierda) y la ultrasónica (derecha) en el equipo de secado en spray. Dentro del círculo rojo se muestra la pieza de entrada de aire en la boquilla ultrasónica.

En la figura 6 se comparan los posicionamientos de la boquilla bifluído con la boquilla de ultrasonidos en el interior del equipo de secado en spray. Como puede verse, cuando ambas boquillas están en el mismo nivel de atomización en el interior de la cámara de vidrio, la boquilla de ultrasonidos presenta dos problemas. El primero, y más evidente, es la gran diferencia de longitud entre las dos. Tal y como está diseñado este equipo, para poder resolver esta diferencia en las longitudes se podría suplementar la entrada de líquido por la parte

superior. Sin embargo, el principal problema es que en este tipo de boquilla, el aire entra por uno de los laterales, lo que dificulta su acoplado en el equipo, talo y como está diseñado. Para poder usar la boquilla ultrasónica debería modificarse la pieza suplementaria de aluminio, algo que no se pudo resolver durante el desarrollo de esta fase de ampliación del proyecto 3.2.

Introducción de un sistema de filtrado de finos

Cuando en la primera fase de este proyecto de purificación de aguas mediante el empleo de secado en spray se empleó agua de mar, fue posible reducir el contenido de sal desde 33 a 8g/l. Aún cuando la reducción del contenido en sal fue considerable, mientras se operaba el equipo pudo detectarse que el ciclón separador no era capaz de retener las partículas más finas. La observación de los granos obtenidos indicó que se trataban de partículas en las que se veían agregados de cristales muy finos (inferiores a $1\mu\text{m}$). Este tipo de partículas en el rango de un micrómetro pueden escapar del ciclón. Para poder implementar el equipo y aumentar la eficacia en la retención de finos se valoraron dos opciones: un sistema de filtrado electrostático y la colocación de un filtro HEPA. Ambos sistemas son muy eficaces en la retención de finos, pero el empleo de los filtros HEPA evita tener que hacer modificaciones en la instalación eléctrica.



Figura 7. Equipo con la incorporación del equipo de filtrado (izquierda) y un esquema de como se circula el aire desde el ciclón hasta la zona de filtrado.

Dentro de la variedad de filtros HEPA disponibles en el mercado, se ha optado por un filtro que está diseñado, específicamente, para trabajar a temperaturas mantenidas de 120°C. Al trabajar poder trabajar a temperaturas superiores a 100°C, es posible evitar condensaciones anticipadas y, así, optimizar el sistema.

En la figura 7 se muestra como se ha modificado el equipo de secado en espray. Aprovechando la parte plana superior, se ha incorporado un compartimento en el que se ha dispuesto el filtro HEPA de alta temperatura, de tal forma que el aire procedente del escape vertical del ciclón separador, se conduce al compartimento del filtro HEPA. Este tipo de sistema debería mejorar de un modo considerable la retención de finos y, por consiguiente, la purificación de las aguas tratadas.

Mejora del sistema de condensación.

Para condensar las aguas que se eliminaban mediante el proceso de secado en espray, en la primera parte del proyecto se empleó un sistema más propio de un laboratorio de química que de un sistema de planta piloto. Es evidente que hasta la fecha el sistema no se puede decir que haya alcanzado el nivel de una planta piloto, pero cada vez está más alejado de lo que sería un clásico montaje de laboratorio. El sistema de condensación se ha diseñado de modo que esté perfectamente acoplado a la salida del sistema de retención de finos. Inicialmente se trabajó con el típico sistema que podría estar al final de cualquier montaje de destilación y, por lo tanto, se observaron una serie de problemas tales como la pérdida de carga asociada a una fuerte reducción de la sección, así como fallos en las uniones de los elementos por culpa de incremento de presión asociado.

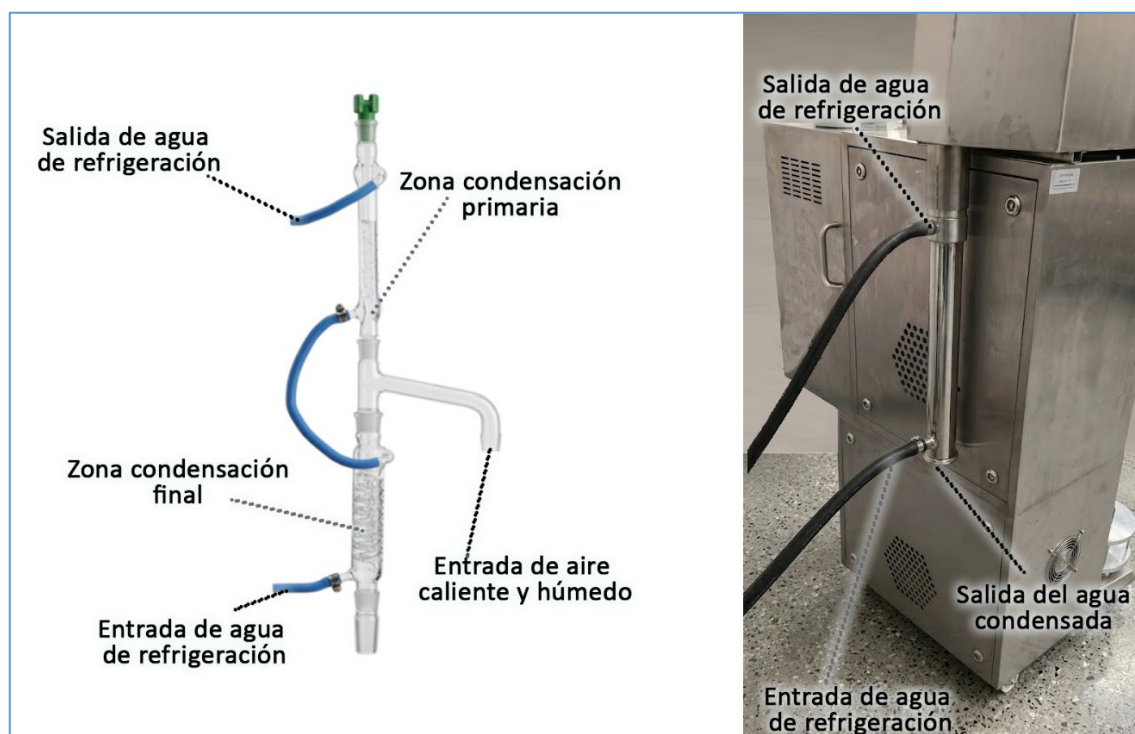


Figura 8. Sistema de filtrado empleado en la primera parte del proyecto (izquierda). Sistema de condensador industrial conectado a la salida del sistema de filtrado de finos.



En este sistema de condensación se ha sustituido el vidrio por un deflegmador metálico, que tiene una superficie efectiva de unos 800 cm² frente a los 220 cm² que tenía el refrigerador de vidrio empleado. Además de la mayor superficie, el deflegmador tiene pared metálica y permite un mayor flujo de agua de refrigeración, favoreciendo la condensación.

Realizar un balance energético y estudiar su escalado

En esta fase del proyecto, únicamente se han podido ensamblar las modificaciones, y llevar a cabo las mediciones preliminares para comprobar que el sistema es fiable. Para la realización de un balance energético con un cierto rigor, es necesario resolver una serie de problemas que se han detectado durante la operación del sistema:

El sistema de recogido de finos es eficaz, pero hasta que se estabiliza tiende a retener agua y condensar antes del sistema final de condensación. El tiempo que pasa desde que se comienza a secar el agua hasta que el sistema está totalmente estabilizado está fuertemente influenciado por la temperatura del laboratorio, cuanto menor sea ésta, más tarda en estabilizarse y viceversa. Para evitar estas fluctuaciones de temperatura y poder, de este modo, evitar las condensaciones en el filtro, es necesario incluir un sistema de calefacción del filtro, para poder garantizar que no habrá condensaciones debido a pérdidas de calor del sistema. Al haber un sistema calefacto, suplimos la ausencia de inercia térmica y, por tanto, podemos saber cuál es el sobre coste energético del sistema. De igual forma, atendiendo a la propia idiosincrasia de este sistema, que será tanto más útil en aquellas instalaciones en las que se pueda emplear calor residual, gracias a ese mismo calor residual sería posible estabilizar el sistema.

4. Caracterizar y adecuar el agua para la electrólisis, estudiando la utilidad de un sistema de secado en espray para aguas residuales.

Después de haber realizado las modificaciones, anteriormente descritas, sobre el sistema de secado en espray, se ha procedido a realizar una serie de ensayos preliminares que permitan evaluar la capacidad operativa del sistema de secado en espray, toda vez que se han acometido las modificaciones al sistema empleado en la primera memoria. Las aguas que se han tratado son dos clases de aguas residuales procedentes de dos instalaciones industriales:

- Agua de lavado de pinturas con base acuosa
- Agua de limpieza de cubas de anodizado de aluminio

Agua de lavado de pinturas con base acuosa

Las aguas de lavado de pintura con base acuosa se han recibido de Compostela Auto, concesionario de SEAT en Milladoiro (Ames, A Coruña). Las aguas de pintura se han recibido en una garrafa de plástico de polietileno apta para el transporte de residuos. El aspecto del agua es de un color violáceo y no presenta, aparentemente, demasiado residuo en suspensión sino, más bien, un agua coloreada.



Para caracterizar esta agua residual, se han llevado a cabo los ensayos indicados anteriormente, cuyos resultados se exponen a continuación.

- Determinación del extracto seco

Para la determinación del extracto seco se ha empleado una estufa a temperatura de 105°C, depositando una cantidad de 10,000g de agua en una cápsula de porcelana hasta alcanzar peso constante. En la tabla siguiente se muestran los análisis de partida y los resultados obtenidos para el agua tratada:

Tabla 1. Resultados de extracto seco para aguas de lavado de pintura.

Material tratado	Peso inicial	Peso final	% Extracto seco
Agua de lavado	10,001±0,003g	0,1248±0,004g	1,248
Agua tratada (s. espray)	10,002±0,004g	0,0001±0,0005	0,01%

Como puede comprobarse, hay una reducción de dúas orde de magnitud no % do extracto seco del pigmento.

- Medida del pH y conductividad

Para la medida del pH se han empleado un medidor de pH de Ag/AgCl y un conductímetro, equipados ambos con sensor corrector de temperatura. En la tabla 2 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 2. Resultados de conductividad y pH para aguas de lavado de pintura.

Material tratado	pH	Conductividad $\mu\text{S}/\text{cm}$
Agua de lavado	9.295	3670
Agua tratada (s. espray)	9.067	262

- Análisis por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR-ATR)

En la figura 9, se muestran los espectros de espectroscopía infrarroja para las aguas tal y como se recibieron y tras haber sido tratadas mediante secado en espray. En ambos casos se ha empleado la técnica de medida FTIR mediante ATR, empleando agua desionizada como blanco. Bien es cierto que la elección de utilizar agua desionizada como línea base puede generar algún tipo de artefactado debido a que, muy probablemente, para la elaboración de las suspensiones de pintura no se haya empleado agua destilada. Estas pequeñas alteraciones en la fuerza iónica del ruido de fondo, así como variaciones de tensión superficial y viscosidad, pueden suponer que la resta del espectro seleccionado como agua de partida sea responsable de que presente señales negativas en los espectros.

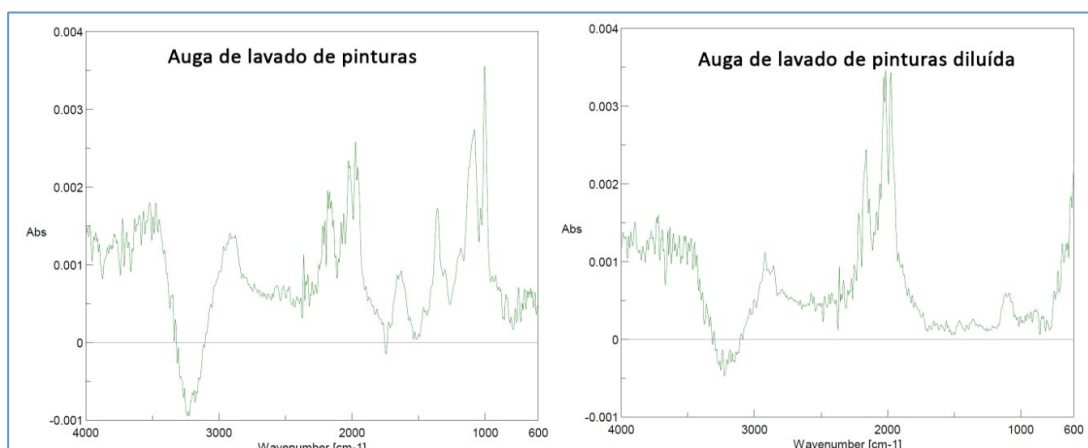


Figura 9. Espectro FTIR del agua sin tratar (izquierda) y tras secado en espray (derecha).



Figura 10. Comparativa de las aguas de lavado de pintura antes (izquierda) y tras s. en espray (derecha).

Los resultados demuestran una correlación técnica sólida entre la inspección visual, el análisis gravimétrico y la espectroscopia infrarroja de las aguas de lavado. Mientras que la muestra concentrada al 1,25% de sólidos presenta una opacidad total y señales químicas intensas de resinas y pigmentos, la muestra diluida muestra una transmitancia parcial que permite visualizar las marcas del vaso, situándose en un rango estimado de 100 ppm. Este drástico descenso se confirma en el espectro FTIR, donde la señal de los grupos funcionales (como el carbonilo a 1700 cm^{-1}) cae casi al nivel del ruido electrónico del equipo. En conclusión, el proceso de dilución ha reducido la carga de sólidos en dos órdenes de magnitud, dejando el agua en un estado de limpieza donde los componentes de la pintura son apenas trazas detectables en el límite de cuantificación analítica. El espectro correspondiente al agua procesada es consecuente con una dilución tan grande, se asemeja al de un agua con poca materia en disolución.



En la figura 10 puede comprobarse que, aun habiendo tan poca concentración, los pigmentos son visibles incluso en una concentración del 0,01%.

A la vista de los resultados obtenidos puede comprobarse que, a pesar de que aún se muestra una cierta coloración del pigmento, el contenido en sólidos se ha reducido unas 100 veces, lo cual resulta prometedor. A pesar de que el material debería de haber quedado retenido en el filtro HEPA, un análisis preliminar indica que el cierre del filtro con la tapa de la carcasa que lo contiene (ver figura 7), lo cual explica la presencia de esa pequeña cantidad de pigmento.

Aqua de lavado de cubas de anodizado de aluminio

Las aguas de lavado de las cubas de anodizado de aluminio han sido proporcionadas por EXTRUGASA, fábrica de perfilería de aluminio en Valga (Pontevedra). Tras producirse el mantenimiento de las cubas de anodizado de aluminio, ya sea porque el baño esté agotado o porque se procede a su limpieza, se generan una serie de aguas que deben ser depuradas.

Estas aguas son neutralizadas, generalmente con óxido de calcio, y luego son conducidas a un filtro prensa en el que se eliminan los sólidos en suspensión. En estos ensayos preliminares se han tomado aguas a la entrada del filtro prensa y se han comparado dos tipos de agua: agua neutralizada y agua neutralizada con floculante. La acción del floculante facilita la creación de agregados y, por consiguiente, una ayuda a la hora de separar los sólidos en suspensión. En este tipo de aguas, es común que haya en suspensión óxido de aluminio y éste suele estarlo de modo coloidal, de ahí que sea necesaria la adición del agente floculante.

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para las aguas tal y como se recibieron y tras haber sido tratadas mediante secado en espray.

- Determinación del extracto seco.

La determinación del extracto seco se ha hecho siguiendo el protocolo indicado en los anexos. En la tabla 3 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 3. Resultados de extracto seco para aguas de anodizado.

Material tratado	Peso inicial	Peso final	% Extracto seco
Agua de cuba	10,002±0,0002g	0,0127±0,0004	0,127
Agua de cuba + floc.	10,001±0,0003g	0,0082±0,0001	0,082
A. Cuba (s. espray)	10,000±0,0002g	0,0003±0,0000	0,03
A. Cuba +floc (s. espray)	10,003±0,0001g	0,0002±0,0000	0,02

A la vista de los resultados podemos ver que, aún tratándose de aguas de baja concentración, la técnica de secado en spray consigue disminuir la ya, de por sí, baja concentración de sólidos suspendidos y en disolución

- Medida del pH y de la conductividad

En la tabla 4 se muestran los resultados para las medidas de conductividad y pH de las aguas tal y cual fueron recibidas.

Tabla 4. Medidas de conductividad y pH para las aguas tratadas

Material tratado	pH	Conductividad.
Agua cuba	8.971	1409 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Agua cuba + floc.	7.468	932 $\mu\text{S}/\text{cm}$
A Cuba (s. spray)	6.713	339,2 $\mu\text{S}/\text{cm}$
A. Cuba +f loc. (s. spray)	6.689	297,2 $\mu\text{S}/\text{cm}$

- Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR-ATR)

Para evaluar la eficacia del secado en spray, lo primero que se ha hecho es un espectro de las aguas antes y después de añadir el floculante, tal y como se muestra en la figura 11,

De la comparativa de las aguas con y sin floculante, la muestra sin floculante muestra principalmente una matriz inorgánica (sulfatos en 1100 cm^{-1}). Al añadir el floculante, aparecen bandas nítidas de Amida I (1650 cm^{-1}) y Amida II (1550 cm^{-1}), que confirman la incorporación y actividad del polímero. Los artefactos en $3300\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$ y 1640 cm^{-1} son normales debido a cambios en la viscosidad y tensión superficial que afectan la sustracción del blanco, tal y como se puede ver en la figura 11.

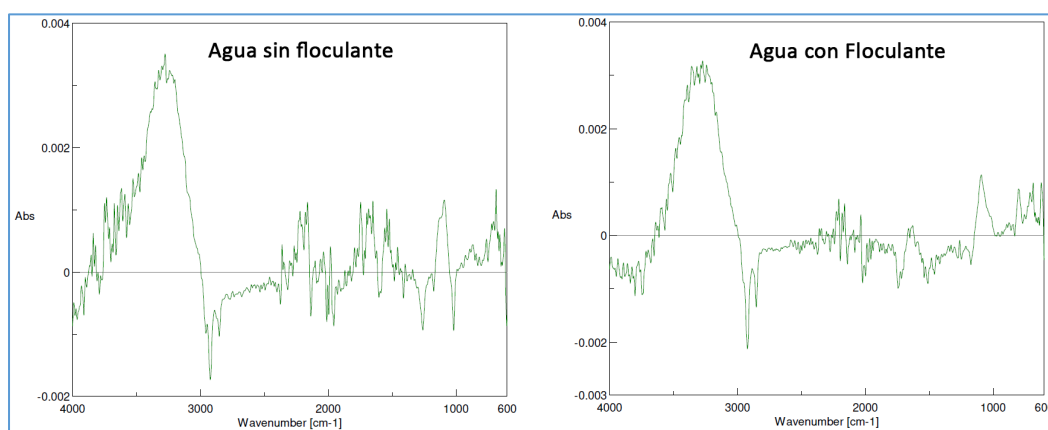


Figura 11. Comparativa de espectros FTIR para agua antes y después de flocularlas

Las medidas FTIR realizadas para las muestras pasadas por el secado en spray indican que se puede detectar el cambio en los espectros, ya que se parecen más a los espectros del agua pura debido, hecho consecuente con una disminución en los valores de la conductividad

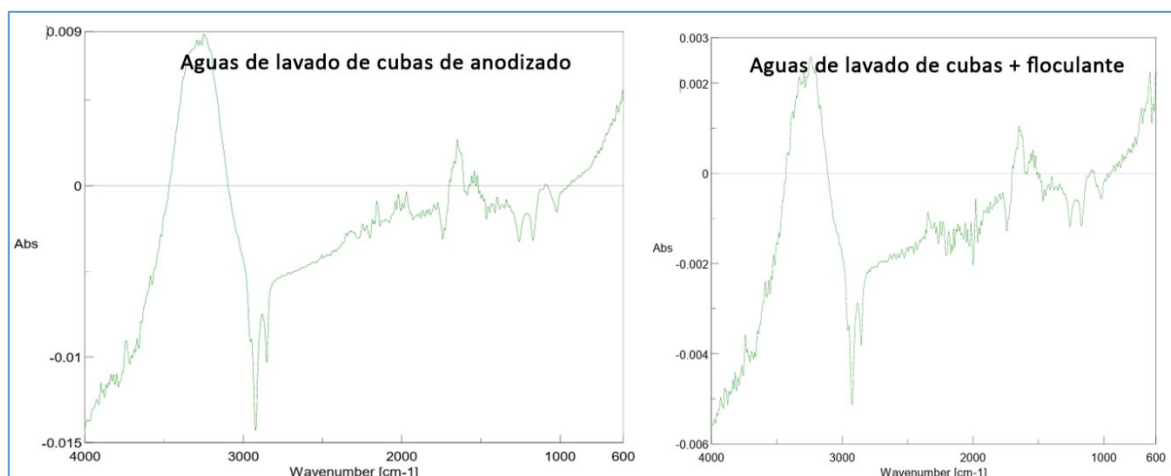


Figura 12. Comparativa de espectros FTIR para los dos tipos de aguas después de ser secadas en spray.

El resultado es muy alentador porque, además de una reducción de los componentes volátiles, puede verse que la muestra floculada tiene menor contenido de sustancias disueltas, posiblemente atribuibles a la migración de partículas por la zona en la que el filtro HEPA no hace un cierre eficaz.

- Determinación de metales por MP-AES.

El MP-AES (Microwave Plasma–Atomic Emission Spectroscopy) es una técnica que permite medir los espectros de emisión de elementos atómicos cuando son excitados por un plasma de nitrógeno generado por microondas.

Atendiendo al tipo de aguas y considerando que se trata de resultados preliminares, a la espera de que se completen las mejoras detectadas, se consideró oportuno realizar medidas a una serie de elementos representativos. En este caso se han medido Al, Ni, Cu, Zn y Ca, tanto en las aguas antes y después de ser tratadas con el agente floculante. En la tabla 5 se muestran los resultados obtenidos para todas las aguas tratadas. La determinación de metales se realiza, tanto en las aguas recibidas como en las tratadas en el s. spray, con disoluciones pasadas por un filtro de 0,22 μm para evitar daños en el equipo de medida. En la tabla 5 se muestran los resultados obtenidos para las aguas con y sin floculantes, tal y como se recibieron y tras el paso por el secado en spray.

Tabla 5. Resultados del análisis MP-AES para las aguas recibidas y tratadas en partes por millón (mg/l)

Elemento	A, Cuba	A. Cuba + F	A, Cuba+s. spray	A. Cuba + F + s. spray
Al	8.14	0.12	1,22	0,02
Ni	0.24	0.04	0,04	0,01
Cu	0.01	0.04	0,00	0,01
Zn	1.45	0.17	0,22	0,03
Ca	29.98	95.97	4,50	14,40



En todos los casos ha habido una reducción en la concentración de metales ya, de por sí, reducida en las disoluciones de partida para poder cumplir con lo requerido por la normativa de vertidos para aguas industriales de Galicia. En algunos casos, incluso, el valor ha caído por debajo del límite de detección del equipo.

Atendiendo a los resultados obtenidos para ambos tipos de aguas, podemos decir que la técnica de secado en spray puede tener un gran interés para la purificación de las aguas residuales de origen industrial, de modo que el agua que se obtiene sería, potencialmente apta para su empleo en electrolizadores para la producción de hidrógeno verde.

El principal obstáculo para el empleo del secado en spray como técnica adecuada para la obtención de aguas aptas para electrolizar mediante el aprovechamiento de aguas residuales parece adecuada. La parte que queda por poder desarrollar es la de la eficiencia energética, que es un dato importante a tener en cuenta. EL estado actual del sistema de secado en spray no permite hacer una estimación rigurosa del impacto energético que tendría esta técnica a la hora de purificar aguas residuales. Si bien es cierto que el factor de eficiencia energética es algo a tener muy en cuenta para poder decidir si una técnica es rentable o no, en este caso el sistema que se propone sería para su uso, de manera preferente, en empresas que por su actividad tienen excesos de calor residual o mediante el empleo de concentradores solares. Es mediante el empleo de este calor residual donde la técnica se vuelve más atractiva.

La posible valorización de residuos requiere llevar a cabo un estudio de mercado que permitiera, tal y como se indica en la legislación vigente de residuos, poder poner fin a su condición de residuo mediante su transformación en un subproducto que pueda ser comercializado.



MINISTERIO
DE EDUCACIÓN
Y FORMACIÓN
PROFESIONAL



Financiado por
la Unión Europea
NextGenerationEU

SECRETARIA GENERAL
DE FORMACIÓN PROFESIONAL

5. ANEXOS



PROCOLO 1: Determinación de extracto seco

OBJETIVO

Analizar el extracto seco de un agua mediante método gravimétrico.

FUNDAMENTO

El residuo seco del agua (conocido también como RS) es una medida de la cantidad de sales y materia orgánica que contiene el agua. Su valor es función de la naturaleza geológica de la cuenca de alimentación, de las características del terreno en donde se encuentra, del caudal, de la pluviometría y de la temperatura. Asimismo, influyen fenómenos como el arrastre de sedimentos que provocan las precipitaciones o el proceso de deshielo. Los iones que suelen encontrarse en mayor proporción son carbonatos, cloruros, sulfatos, nitratos, potasio, sodio, calcio y magnesio.

El residuo seco es un concepto poco conocido, pero muy importante en las aguas minerales naturales. A diferencia de lo que suele pensar el común de la gente, este no refleja las impurezas que contiene el agua, sino la cantidad de minerales presentes en ella. Es importante tener en cuenta que cuanto mayor sea el residuo seco, más minerales tendrá un agua mineral natural. Toda el agua que procede de distintas fuentes tiene residuo seco en mayor o menor medida y dependiendo de la cantidad de minerales que posea, cada una de ellas tendrá una composición diferente.

¿Por qué es importante conocer el residuo seco del agua?

Conocer el residuo seco del agua es crucial por varias razones. En el caso del agua potable, este valor nos indica la pureza y la calidad del agua que consumimos. Además, el residuo seco también es una medida importante en la gestión del agua utilizada en procesos industriales, ya que las altas concentraciones de minerales pueden causar acumulación de depósitos en tuberías y equipos. Por otro lado, para el agua utilizada en agricultura, un residuo seco moderado puede ser beneficioso para los cultivos, ya que algunas sales y minerales son nutrientes necesarios para el crecimiento y desarrollo de las plantas. No obstante, un exceso de estos puede dañar los suelos y afectar la productividad agrícola.

REFERENCIAS

- SMITH, “Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales”
- RODRÍGUEZ, J.L., “Ensayos Físicos y Físicoquímicos”

MATERIALES Y EQUIPOS

Instrumentos

Cápsula de porcelana

Materiales analizados

Aguas de EDAR



Instrumentos

Balanza analítica

Pipeta de 10 mL

Calculadora

Materiales analizados

Aguas de automoción.

PROCEDIMIENTO

Para medir el residuo seco del agua, pueden realizarse distintas metodologías, todas en condiciones controladas. Una de las más utilizadas es el método gravimétrico donde el residuo seco se obtiene por diferencia de peso tras someter a la muestra a una temperatura de 105 °C durante 24 horas.

1. Se pesa una cápsula de porcelana en condiciones de sequedad (las cápsulas deben estar limpias y secas)
2. Se toman 25 mL de muestra y con ayuda de una pipeta se trasvasa a dicha cápsula de porcelana.
3. Se introducen en una estufa a 105 °C durante 24 horas.
4. Pasado este tiempo se sacan y se introducen en el desecador aproximadamente 2 horas para que alcancen la temperatura ambiente y sea posible pesarlas de nuevo. De esta forma, a partir de ambas pesadas se obtiene la cantidad de residuo seco.

CÁLCULOS

El residuo seco puede expresarse en ppm (partes por millón) o en mg/L (miligramos por litro). Este método es utilizado en laboratorios de análisis de calidad del agua y en estudios ambientales, industriales o de potabilización para conocer la concentración de sólidos disueltos.

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

Cuánto residuo seco es bueno en el agua

El nivel de residuo seco en el agua más recomendable para consumo humano es generalmente de hasta 500 mg/L, según organizaciones como la Organización Mundial de la Salud (OMS). Este límite garantiza que el agua sea de buena calidad, sin afectar el sabor ni representar riesgos para la salud. Sin embargo, el valor puede variar según el tipo de agua que consumimos, ya que distintas fuentes tienen diferentes concentraciones de minerales.

Según su contenido mineral el agua se clasifica como:

- Mineralización muy débil: es el agua con menos residuo seco, ya que este no supera los 50 mg/l.



- **Mineralización débil:** son aquellas aguas que contienen menos de 500 mg/l. Aunque las aguas de mineralización muy débil o débil suelen ser aptas para determinadas personas que poseen algunos problemas de salud, en este caso debemos revisar bien qué tipo de minerales contienen y su concentración.
- **Mineralización media:** son aquellas que contienen entre 500 y 1500 mg/l de residuo seco.
- **Mineralización fuerte:** posee más de 1500 mg/l de residuo seco. Su consumo frecuente no es aconsejable en la mayoría de los casos.

En resumen, aquellas aguas de mineralización muy fuertes no son recomendadas para su consumo, ya que poseen un alto contenido de sales y pueden producir problemas en la salud como hipertensión o piedras en los riñones, además de darle un sabor salino a las aguas. De la misma manera, las aguas con bajo contenido de minerales tampoco son recomendadas, debido a que pueden producir un déficit de minerales en el organismo, que si no son contrarrestados a partir de la alimentación, puede producir enfermedades en los seres humanos.



PROTOCOLO 2: Determinación de materia orgánica de un agua

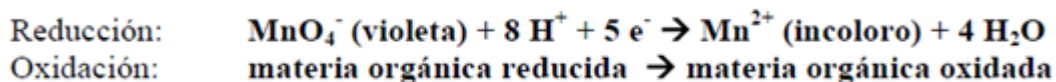
OBJETIVO

Determinar el contenido orgánico de una muestra de agua potable mediante un método volumétrico redox por reflujo.

FUNDAMENTO

La oxidabilidad del agua es un parámetro que se refiere a su contenido de materia orgánica y se determina mediante una titulación con permanganato de potasio, que actúa como oxidante. El método utilizado es un método volumétrico redox de doble reflujo.

Para determinar la materia orgánica, el oxidante se pone en contacto con el agua a analizar y se somete a ebullición durante un tiempo, oxidando así la materia orgánica. La cantidad de permanganato consumido es proporcional a la materia orgánica presente en la muestra. El exceso de permanganato no consumido por la muestra se reduce con un exceso de ácido oxálico (u oxalato) y este exceso se titula por reflujo con una solución titulada de permanganato.



El método se basa en determinar la cantidad de permanganato que reduce el agua durante 10 minutos en condiciones precisas, ya que, de lo contrario, la misma cantidad de agua reduce cantidades variables de permanganato.

La oxidabilidad se expresa en ppm de O₂ en agua, ya que la cantidad de permanganato que se reduce por la materia orgánica es igual al oxígeno que se consume durante el proceso. La determinación del índice de permanganato se utiliza principalmente para evaluar la calidad del agua para consumo humano y uso doméstico, agua potable, agua mineral natural, agua de manantial y agua de piscinas.

REFERENCIAS

- SMITH, "Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales"
- RODRÍGUEZ, J.L., "Ensayos Físicos y Físicoquímicos"

MATERIALES Y EQUIPOS

Material	Cantidade	Reactivos	Cantidade
<ul style="list-style-type: none">▪ Matraz Erlenmeier de 250 mL.▪ Placa porosa.▪ Calentador.▪ pHmetro		<ul style="list-style-type: none">▪ Agua destilada.▪ Permanganato de potasio 0,01 N solución valorada (SV).▪ Disolución de oxalato sódico exactamente 0,01 N PA.▪ Ácido sulfúrico diluído 1:3.▪ Bicarbonato sódico	

PROCEDIMIENTO

1.- Limpieza del matraz Erlenmeyer donde se realizará el análisis

- Medir aproximadamente 100 mL de agua destilada en un matraz Erlenmeyer de 250 mL y añadir 5 mL de ácido sulfúrico diluido.
- Para eliminar cualquier materia orgánica que pudiera haber en el matraz y el agua destilada, añadir unas gotas de la solución de permanganato hasta obtener un color rosa persistente y hervir la mezcla durante 10 minutos con perlas de vidrio (o una placa porosa).
- Añadir unas gotas de oxalato poco a poco hasta que el contenido del matraz Erlenmeyer esté completamente teñido, y de nuevo, unas gotas de permanganato hasta obtener una ligera coloración rosa. Hasta este punto, se ha eliminado cualquier posible materia orgánica que pudiera haber en el agua o el matraz.

NOTA: Antes de realizar la determinación de la oxidabilidad, es necesario estandarizar el permanganato de potasio con oxalato.

2.- Determinación de la oxidabilidad del agua

- Retire el contenido del matraz del proceso anterior, déjelo escurrir y, sin lavarlo, vierta 100 mL del agua problemática; añada 5 mL de ácido sulfúrico 1:3 y perlas de vidrio o placa porosa.
- Caliente y, cuando comience a hervir, añada 10 mL de la solución de permanganato de potasio y deje hervir durante 10 minutos.



- Añada 10 mL de oxalato de golpe o una cantidad mayor si los 10 mL no fueron suficientes para decolorar la solución (mantenga la ebullición).
- A continuación, titule el exceso de oxalato en caliente con la solución de permanganato titulada.
- Realice la determinación por triplicado.

Tratamiento de residuos

- Si el pH de la solución final es ácido, debe neutralizarse con bicarbonato de sodio. El exceso de ácido oxálico/oxalato también debe tratarse con bicarbonato de sodio antes de su eliminación.
- El exceso de permanganato de potasio debe tratarse con una solución reductora y neutralizarse antes de su eliminación.

CÁLCULOS

- a) ¿Qué diferencias metodológicas existen entre la determinación de materia orgánica en agua natural y aguas residuales?
- b) Calcular el contenido de materia orgánica en mg O₂/L de agua.
- c) Elaborar una tabla donde recopile todos los datos de las pruebas y los resultados finales.

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS



PROTOCOLO 3: Análisis de mezclas. Determinación da alcalinidad de una muestra.

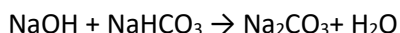
OBJETIVO

- Determinar la alcalinidad de una muestra problema, mediante una volumetría de neutralización.

FUNDAMENTO

La alcalinidad de un agua es su capacidad para neutralizar ácidos y constituye la suma de todas las bases titulables. La alcalinidad es muy importante en muchos usos y tratamientos de aguas naturales y residuales. La alcalinidad de muchas aguas de superficie depende primordialmente de su contenido en carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, por lo que suele tomarse como una indicación de la concentración de estos componentes.

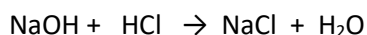
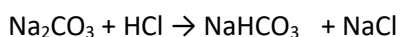
En una solución no puede coexistir las tres especies, sino sólo dos de ellas, ya que la reacción entre ellas elimina la tercera.



- Si la NaOH es el reactivo limitante de la reacción, tendremos NaHCO₃ (en exceso) e Na₂CO₃ (formado).
- Si la NaHCO₃ es el reactivo limitante, tendremos NaOH (en exceso) y Na₂CO₃ (formado)
- Si NaHCO₃ y NaOH se encuentran en proporción estequiométrica, se agotarán los dos, y la única especie presente será el Na₂CO₃ formado.
- En el procedimiento de análisis de las mezclas podríamos encontrarnos otras dúas posibilidades: la presencia única de NaOH o de NaHCO₃.

El método analítico para el análisis da alcalinidad de una muestra realiza la valoración con ácido clorhídrico normalizado y requiere de la utilización de dos indicadores:

- **Con fenolftaleína (8,2-10):** tiene lugar el punto final da transformación del carbonato a bicarbonato y la neutralización de los hidróxidos. En este punto se decolora la fenolftaleína.





- **Con naranja de metilo (3,1-4,4):** si a la disolución anterior le añadimos naranja de metilo, y seguimos valorando hasta el viraje a naranja, continuará reaccionando el bicarbonato formado, así como el bicarbonato que contuviese inicialmente la muestra.



En conjunto:



Fenolftaleína Naranja de metilo

rosa incoloro → amarillo naranja

REFERENCIAS

- Técnicas de Laboratorio Químico 2.2. Análisis Químico Cualitativo y Cuantitativo. José M^a Casas y Tomás García. Editorial Bruño-Edebé.
- Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Editorial Díaz de Santos.

MATERIALES Y EQUIPOS

Material	Cantidad	Reactivos	Cantidad
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Matraz Erlenmeier. ▪ Agitador. ▪ Calentador. ▪ pHmetro. ▪ Pipetas 		<ul style="list-style-type: none"> ▪ Agua destilada. ▪ Fenolftaleína 0,1%. ▪ HCl. ▪ Naranja de metilo 0,1%. ▪ Bicarbonato sódico. 	



PROCEDIMIENTO

- Realizar una primera prueba para determinar el volumen de muestra que se debe pipetear.
- Tomar el volumen de muestra más adecuado y colocarlo en un matraz Erlenmeyer. Si el volumen es pequeño, añadir 50 ml de agua destilada para favorecer la agitación.
- Añadir 2 gotas de fenolftaleína al 0,1 % y continúe la titulación añadiendo lentamente el HCl y agitando continuamente. Anote el volumen cuando el indicador cambie de rosa a incoloro.
- Añadir 2 gotas de naranja de metilo al 0,1 %. La solución se tornará amarilla.
- Continuar la titulación, agitando constantemente para eliminar el dióxido de carbono que se forma hasta que el indicador se torne naranja. Anote el volumen utilizado.
- Realizar tres pruebas válidas consecutivas.

CÁLCULOS

- a) Elabora una tabla para recoger los resultados de los tres ensayos.
- b) Justifica que especies había en la muestra?
- c) Calcula los ppm de cada componente en la muestra inicial?
- d) Calcula la alcalinidad de la muestra problema:
 - i. La alcalinidad total o alcalinidad en el punto final del naranja de metilo.
 - ii. La alcalinidad en el punto final de fenolftaleína.

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

PROTOCOLO 4: Determinación de la dureza de un agua.

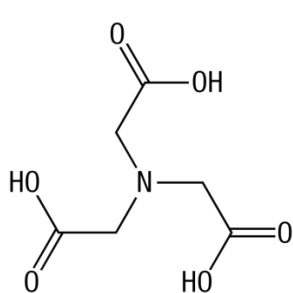
OBJETIVO

- Determinación mediante una volumetría de formación de complejos de la dureza de un agua.

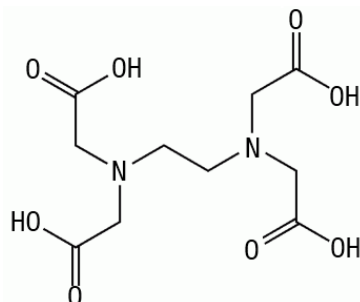
FUNDAMENTO

Los complejos con ligandos polidentados capaces de formar anillos cerrados (complejos quelatos) tienen una gran estabilidad. Así el AEDT, hexadentado, es capaz de formar complejos estables con una gran variedad de iones metálicos, hasta con los metales alcalinotérreos (cuyos complejos con ligandos monodentados son muy poco estables). Esta calidad le hace ser útil en análisis químico para la determinación volumétrica de muchos metales como el Mg, Ca, Sr, Ba, Zn, Cd, Pb, Cu, Ni, Co, Fe, Mn, Hg, Tl, In, Bi, Th, y todos los metales de las tierras raras.

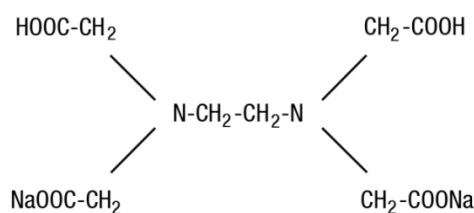
En la actualidad se utilizan tres importantes complejos de esta naturaleza a los que se denominan complexonas:



Complexona I



Complexona II (AEDT)

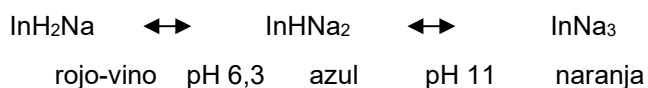
Complexona III (AEDT-Na₂)

La más utilizada es esta última (AEDT-Na₂) por ser fácilmente soluble en agua y considerarse sustancia patrón. Los trabajos volumétricos con complexonas se iniciaron por primera vez en 1940 en la universidad de Zúrich, y además del nombre de complexometrías pueden recibir el de quelatometrías o quelometrías.

Determinación de la dureza del agua

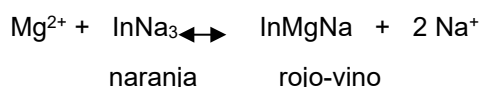
Las sustancias que hacen que un agua sea dura son las sales de calcio y magnesio, como CaCO₃, MgCO₃, CaCl₂, MgCl₂, CaSO₄, MgSO₄, etc. Estos compuestos están solubilizados en el agua y pueden determinarse con solución jabonosa hasta la formación de espuma persistente, o bien con complexonas. El AEDT forma complejos estables con dos iones calcio y magnesio, y según el indicador utilizado en la valoración se pueden determinar los dos a la vez o bien sólo uno de ellos. Los indicadores para este tipo de volumetrías son sustancias capaces de formar quelatos estables con los metales a determinar, el AEDT desplaza a estos metales de su complejo con indicador e al suceder esto el indicador cambia de color.

Uno de los indicadores que vamos a emplear es el **negro de eriocromo-T**, que es un ácido tribásico (abreviadamente InH₃) que se disocia gradualmente cambiando de color:

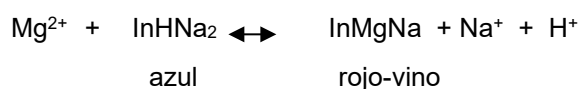




De las tres formas solamente la última origina complejos robustos con el magnesio:



La constante de estabilidad es tan grande ($K = 10^7$) que el pH entre 8 e 10 de color azul se convierte directamente en el derivado de color rojo-vino del derivado de magnesio.



Al añadir el AEDT a la disolución a valorar el magnesio es extraído del complejo y el color cambia del rojo-vino al azul.

Con el calcio el complejo que se forma no es tan fuerte, y en consecuencia no es buen indicador para las disoluciones que sólo contienen calcio. En nuestro caso, lo que hacemos es valorar a la vez los dos iones. El pH óptimo de uso de este indicador es de 10, ya que a pH superiores puede precipitar el hidróxido de magnesio y además el indicador pasa a su forma más alcalina y en el punto final no se obtiene color azul. A pH más bajo el magnesio no forma complejos robustos.

La **murexida**, que es el otro indicador que empleamos, actúa de forma similar en las valoraciones de calcio, y con el determinaremos sólo el calcio.

REFERENCIAS

- Técnicas de Laboratorio Químico 2.2. Análisis Químico Cualitativo e Cuantitativo. José Ma Casas e Tomás García. Editorial Bruño-Edebé
- Química Analítica Xeneral Cuantitativa e instrumental Francisco Bermejo Martínez Editorial Dossat, S.A.

MATERIALES Y EQUIPOS

Material	Cantidad	Reactivos	Cantidad
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Matraz Erlenmeier. ▪ Agitador. ▪ Calentador. ▪ pHmetro. ▪ Pipetas 		<ul style="list-style-type: none"> ▪ Disolución patrón de AEDT-Na2 0,01 M. ▪ Negro de eriocromo-T, preparado disolviendo en 100 mL de alcohol 0,5 g del compuesto o entre el 0,5 y el 1% en NaCl ▪ Murexida, preparada entre 0,5 y el 1% en NaCl ▪ Disolución reguladora de pH 10. ▪ Disolución de NaOH 3 N. 	



PROCEDIMIENTO

A) Preparación de la disolución 0,01 M de AEDT-Na₂

Para preparar esta disolución se utilizará AEDT-Na₂·2H₂O.

B) Preparación de la disolución reguladora de pH = 10

Se realizará con cloruro de amonio y amoníaco.

C) Procedimiento

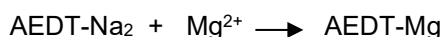
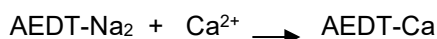
- Tomar 50 mL de agua.
- Añadir 1 mL de tampón y una punta de espátula de indicador.
- Valorar directamente hasta a viraje del indicador a azul débil persistente.
- Repetir ata obtener tres valores válidos consecutivos.
- Tomar otros 50 mL.
- Añadir 1 mL de NaOH 3 N (para conseguir un pH entre 10 e 12) y una punta de espátula de murexida.
- Valorar hasta el cambio de color del indicador.
- Repetir hasta obtener tres valores válidos consecutivos.

Normas a seguir durante la práctica:

- 1) El agua objeto de análisis debe ser clara, en caso contrario es preciso filtrarla.
- 2) Debe escogerse un indicador en buenas condicione, ya que se estropea con el tiempo.
- 3) No echar demasiado indicador ya que su concentración influye en el punto final.

CÁLCULOS

Las reacciones que tiene lugar son las siguientes:



Como las reacciones de formación del complejo para los dos metales son mol a mol. Podemos decir que en el punto de equivalencia de la valoración con **negro de eriocromo-T**:

$$\text{N}^\circ \text{ de moles de calcio y magnesio} = \text{N}^\circ \text{ de moles de AEDT-Na}_2$$

Una vez que llegamos a esa conclusión podemos calcular el número de moles en cada parte de la ecuación utilizando los datos que nos proporciona la práctica.

De igual modo en la valoración con **murexida**, donde **sólo** valoramos el **calcio**:

$$\text{N}^\circ \text{ moles de calcio} = \text{N}^\circ \text{ de moles de AEDT-Na}_2$$

Podemos ahora calcular el número de moles de calcio en el agua, y mediante una resta calculamos los de magnesio. A continuación, pasamos de moles/L a mg/L, que es como se acostumbra a dar los resultados.

También debemos calcular la dureza del agua, a efectos prácticos y de resultados se considera coma si se debe toda al carbonato de calcio, y se expresa el resultado en **mg de carbonato de calcio por litro de auga**. La dureza del agua se puede expresar también en unidades llamada **grado hidrotimétrico francés (°HTF)** de dureza. Para dar el resultado en esta unidad debemos considerar que un grao hidrotimétrico francés equivale a 10 mg de CaCO₃/L de agua.

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.

PROTOCOLO 5: Protocolo de uso del equipo FTIR JASCO 4600.

OBJETIVO

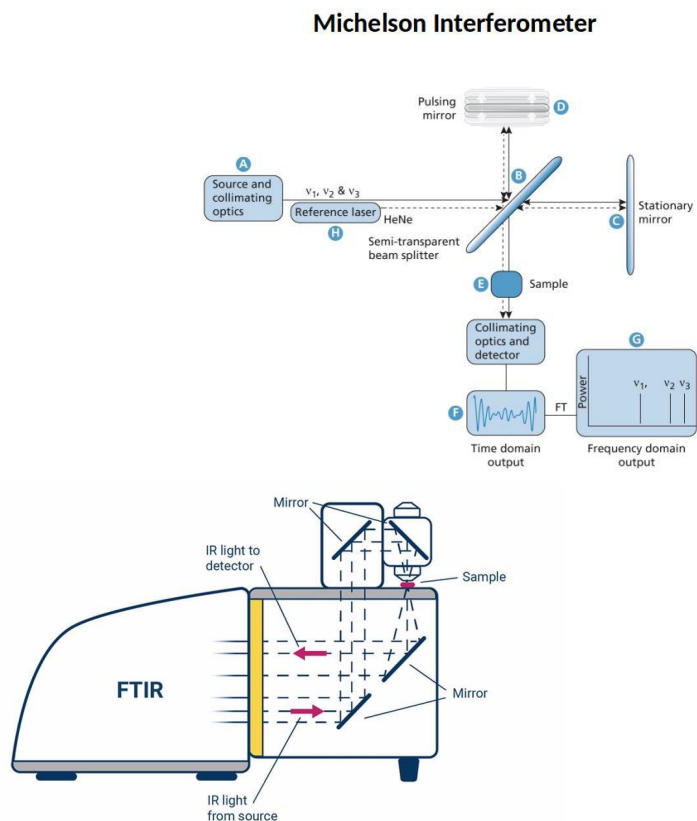
- Determinación de compuestos orgánicos mediante equipo de Infrarrojo FTIR JASCO.

FUNDAMENTO

La Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR) es una técnica analítica que mide la absorción de radiación infrarroja por una muestra. El principio se basa en que las moléculas absorben energías específicas correspondientes a sus frecuencias vibracionales características. El interferómetro de Michelson en el equipo FTIR genera un interferograma que, mediante transformada de Fourier, se convierte en un espectro de absorción infrarroja.

El equipo JASCO FT/IR-4600 utiliza un interferómetro de alta precisión con espejo móvil, detector DTGS estándar (ampliable a MCT), fuente de luz de cerámica y software Spectra Manager para el control y análisis de datos.

Esquema del funcionamiento interno.





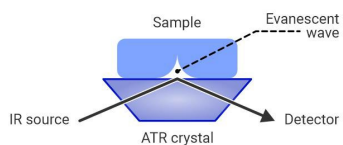
REFERENCIAS

- JASCO Corporation. Manual de operación FT/IR-4600
- Skoog, D.A., Holler, F.J., Crouch, S.R. Principles of Instrumental Analysis
- Silverstein, R.M., Webster, F.X., Kiemle, D.J. Spectrometric Identification of Organic Compounds
- Griffiths, P., de Haseth, J.A. Fourier Transform Infrared Spectrometry

PROCEDIMIENTO

Preparación previa

- Verificar que el equipo esté encendido y estabilizado (30 min mínimo)
- Comprobar nivel de nitrógeno líquido si se usa detector MCT
- Limpiar la zona de medida con aire comprimido y gamuza de limpieza.



Preparación de muestras

Muestras sólidas:



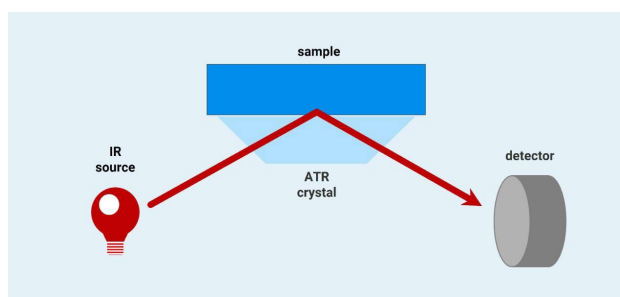
- Pastillas de KBr: mezclar 1-2 mg de muestra con 200 mg de KBr en mortero
- Película: disolver muestra y depositar sobre soporte de sal

Muestras líquidas:

- Celdas de líquidos con espaciadores apropiados
- Limpiar ventanas con solvente adecuado antes de cada uso

Muestras gaseosas:

- Celdas de gas con longitud de camino óptico definida.



Adquisición del espectro

- Adquirir espectro de fondo (sin muestra)
- Colocar muestra en el compartimento
- Configurar parámetros en Spectra Manager:
 - Rango espectral: 4000-400 cm^{-1}
 - Resolución: 4 cm^{-1}
 - Número de escaneos: 32
 - Velocidad del espejo: 2.8 mm/s
- Iniciar medición
- Guardar espectro con nombre descriptivo

Post-medida

- Retirar muestra inmediatamente.
- Limpiar soportes y componentes.
- Dejar equipo listo para próximo usuario



▾ CÁLCULOS

Corrección de línea base

Aplicar corrección automática o manual para eliminar efectos de dispersión

Normalización

Normalizar espectros a pico más intenso o área específica para comparación

Análisis cuantitativo

Utilizar ley de Beer-Lambert: $A = \epsilon \cdot c \cdot l$

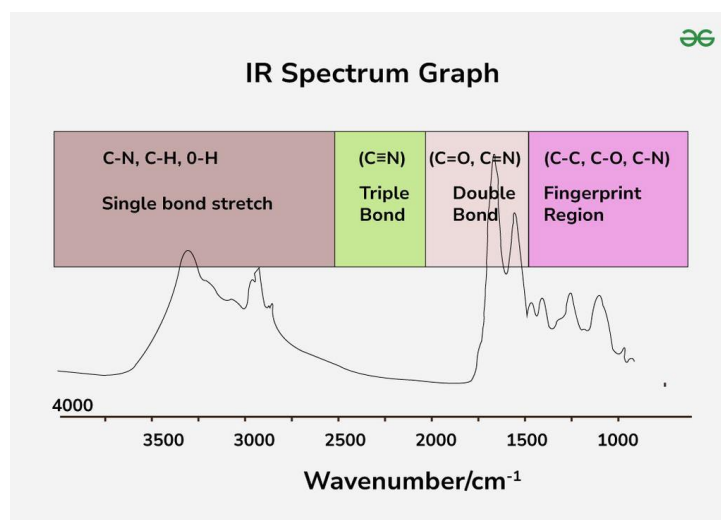
Donde:

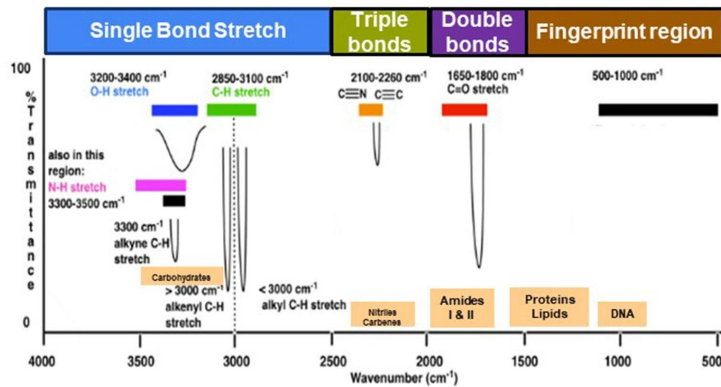
- A = Absorbancia
- ϵ = Coeficiente de absorción molar
- c = Concentración
- l = Longitud de camino óptico

📊 INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.

Identificación de grupos funcionales

- 3600-3200 cm^{-1} : grupos OH y NH
- 3100-3000 cm^{-1} : tensión C-H aromática
- 3000-2850 cm^{-1} : tensión C-H alifática
- 2250-2100 cm^{-1} : tensión C \equiv C y C \equiv N
- 1850-1650 cm^{-1} : tensión C=O
- 1650-1450 cm^{-1} : tensión C=C y deformación CH₂/CH₃





Control de calidad

- Verificar que picos estén dentro de rangos esperados
- Comprobar relación señal/ruido >100:1
- Confirmar resolución espectral adecuada
- Validar con estándares de referencia cuando sea necesario



PROTOCOLO 6: Protocolo de Análisis de Elementos por MP-AES 4210.

OBJETIVO

- Determinación de metales en muestras de agua mediante equipo de análisis de elementos MP-AES 4210.

FUNDAMENTO

El MP-AES (Microwave Plasma–Atomic Emission Spectroscopy) es una técnica de espectroscopía atómica que determina la composición elemental de una muestra mediante la medición de la luz emitida por los átomos excitados en un plasma de nitrógeno generado por microondas.

En el Agilent 4210, la energía de microondas (producida por un magnetrón industrial) forma un plasma a partir del nitrógeno extraído del aire mediante el generador de nitrógeno Agilent 4107. El plasma alcanza temperaturas cercanas a 5,000 K, lo que permite descomponer, atomizar y excitar los elementos presentes en la muestra. Cada elemento emite radiación a longitudes de onda características; la intensidad de cada línea espectral es proporcional a su concentración.

Principales ventajas del MP-AES 4210:

- No utiliza gases combustibles (funciona “con aire”).
- Mayor seguridad y menor costo operativo que la espectroscopía de absorción atómica (FAAS).
- Límites de detección bajos (hasta nivel sub ppb).
- Análisis multielemento rápido y automatizable.
- Ideal para matrices complejas (alimentos, suelos, minerales, fertilizantes, aguas residuales, combustibles).

REFERENCIAS

- Agilent Technologies (2021). Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES) Application eHandbook.
- Agilent Technologies (2019). Elemental Analysis that Runs on Air – Agilent 4210 MP-AES Brochure.
- Pelizzaro, V. et al. (2019). Determination of Macro and Micronutrients in Fertilizers using MP-AES, Agilent Technologies Application Note 5994 0566EN.
- Agilent Technologies (2016). Optimización de métodos para muestras con alta matriz usando 4210 MP-AES. publicación 5991 3703CHCN.



MATERIALES Y EQUIPOS

Material y equipo	Cantidad	Reactivos	Cantidad
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vasos y tubos de digestión, micropipetas, balanza analítica ▪ Agitador. ▪ Calentador. ▪ MP-AES 4210 		<ul style="list-style-type: none"> ▪ Muestras sólidas o líquidas según aplicación. ▪ Soluciones patrón monoelementales (1000 mg/L). ▪ Ácido nítrico (HNO₃) grado suprapuro. ▪ Agua desionizada o ultrapura. ▪ Material de referencia certificado (CRM). 	

PROCEDIMIENTO

Preparación de muestras

- Muestras líquidas: acidificar con HNO₃ hasta 1–2 % para estabilizar.
- Muestras sólidas: digerir por microondas (ej. 3 pasos; 100 °C → 150 °C → 170 °C, total ~ 30 min).
- Filtrar y aforar a volumen con agua desionizada.

Procedimiento instrumental

- Encendido:
- Encienda el sistema y el generador de nitrógeno (Agilent 4107).
- Espere la estabilización del flujo (~10 min).
- Configuración del método (software MP Expert):
- Seleccione los elementos y longitudes de onda recomendadas.
- Cargue el método preconfigurado o el “applet” de aplicación específica.
- Defina las condiciones: flujo de nebulizador (~0.5 L/min), bomba (12 rpm), tiempo de lectura (3 s típico).

Calibración:

- Prepare curvas de calibración con patrones multielementales (0.2–50 mg/L).
- Corra blancos y estándares en orden creciente.
- Verifique linealidad R > 0.999.

Análisis:

- Introduzca las muestras (manual o autosampler).
- Realice tres réplicas por muestra.
- Los resultados se reportan automáticamente en mg/L o mg/kg según preparación.

Control de calidad:

- Analice CRM o muestra fortificada cada 10–20 inyecciones.
- Acepte si recuperación = 90–110 % y RSD < 5 %.



▾ CÁLCULOS

Curva de calibración

Se obtiene la relación lineal:

$$I = aC + b \quad I = aC + b$$

donde

I: Intensidad de emisión (cuentas, cps).

C: Concentración analito (mg/L).

a, b: Constantes de la regresión.

Cálculo de concentración en muestra

$$C_m = (I_m - b) / a \times F_d \quad C_m = a(I_m - b) \times F_d$$

donde

I_m : intensidad de la muestra,

F_d : factor de dilución (volumen total / masa o volumen inicial).

Resultado final (expresado en mg/kg si procede)

$$C_{final} = C_m \times V_f / m_s \quad C_{final} = m_s C_m \times V_f$$

V_f = volumen final de digestión (L)

m_s = masa de muestra (kg)

📊 INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.

Comparar los valores obtenidos con los límites normativos (p. ej., FAO, Codex Alimentarius, legislación local).

Verificar la consistencia de la curva de calibración, estabilidad de línea base y recuperación del CRM.

Si la desviación supera $\pm 10\%$, repetir la medición o revisar la preparación.

Valores anómalos pueden indicar contaminación, pérdida de muestra, o interferencias espectrales; se recomienda verificar con una longitud de onda alternativa o aplicar corrección de interferencias (IEC o FLIC).

Seguridad y mantenimiento

- No se requieren gases combustibles (seguridad elevada).
- Apagar el sistema al finalizar: cuando se apaga, no consume gas ni electricidad.
- Limpieza periódica del nebulizador, cámara de rocío y antorcha.
- Revisar alineación y flujo de nitrógeno semanalmente.



Anexo para la interpretación de resultados

- Límites de detección típicos (IDL, $\mu\text{g/L}$):

Elemento	MP-AES 4210	FAAS
<i>Ca</i>	0.04	0.4
<i>Mg</i>	0.10	0.27
<i>Na</i>	0.10	0.26
<i>K</i>	0.60	0.76
<i>Fe</i>	1.7	7.3
<i>Cu</i>	0.5	1.2
<i>Pb</i>	2.5	14

(Fuente: Agilent, 2021)

Este protocolo puede adaptarse a diversas matrices (aguas, suelos, alimentos, fertilizantes o geoquímicos) según la necesidad analítica.



PROTOCOLO 7: Secado en espray de una disolución de agua con sal.

OBJETIVO

Obtener el extracto seco de un agua mediante secado en espray.

FUNDAMENTO

El secado en espray es una técnica que permite eliminar el agua de una disolución dejando como residuo seco aquellas sustancias que se encuentren suspendidas o en disolución. En esta técnica, al igual que en la determinación del extracto seco por secado en estufa, se aísla de la disolución todo aquel material que no es volátil.

Cuando se ejerce el secado en espray, lo que se hace es pulverizar la disolución en el interior de un chorro de aire caliente, de modo que las gotas generadas en el espray sufran un secado, casi instantáneo, recogiéndose en un sistema clasificador de partículas, generalmente un ciclón separador.

REFERENCIAS

- McCabe, W. L., Smith, J. C., & Harriott, P. (2007). Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. McGraw-Hill.
- RODRÍGUEZ, J.L., “Ensayos Físicos y Físicoquímicos”

MATERIALES Y EQUIPOS

Instrumentos

Equipo secado en espray

Balanza analítica

Pipeta de 25 mL

Calculadora

Materiales analizados

Agua salada

PROCEDIMIENTO

Para el empleo del secador en espray es necesario que el equipo se encuentre limpio y seco al comenzar la operación.



Tras haber desmontado, lavado y secado el equipo, se vuelve a ensamblar para proceder a su puesta en marcha.

1. Puesta en marcha del equipo:

En la pantalla táctil del equipo se introducen los siguientes parámetros;

- Velocidad de bombeo del 50%
- Temperatura de consigna de entrada de 175°
- Velocidad de aire a 40l/min¹
- La potencia del ventilador se ajusta al 80%

2. Periodo de estabilización:

- Arrancar el sistema por espacio de 10 minutos hasta que la temperatura llegue a la consigna
- Comprobar que no hay condensaciones ni en la zona del depósito ni en la cámara de vidrio.

3. Periodo de secado:

- Alimentar la disolución mediante el tubo conectado a la bomba peristáltica
- Alimentar circular 100ml de disolución
- Cortar la alimentación (detener la bomba peristáltica)
- Apagar la calefacción.

4. Recolección y pesada del material secado:

- Cuando la temperatura haya descendido a 100°C se apagará el ventilador
- Desmontar el depósito colector y recoger, con ayuda de un pincel, todo el polvo obtenido.
- Se pesará el material obtenido² y se documentará si hay material depositado en las paredes tanto del ciclón como de la cámara de atomización.

CÁLCULOS

Se realizará un cálculo del rendimiento del proceso considerando las características de la disolución de partida proveída por el profesor.

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

El resultado nos permitirá saber en cuánto tiempo se ha conseguido obtener el extracto seco, así como el rendimiento del proceso seguido.

¹ Abrir el aire comprimido de la pared y ajustar con el rotámetro el caudalímetro al valor indicado.

² El peso se realizará sobre cápsula de porcelana, previamente tarada.