

ANEXOS

ANEXO I

Requisitos de calidad para aguas
regeneradas (RD 1620/2007)

ANEXO I.A: CRITERIOS DE CALIDAD PARA LA REUTILIZACIÓN DE LAS AGUAS SEGÚN SUS USOS

CALIDAD REQUERIDA

USO DEL AGUA PREVISTO	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE (VMA)			
	NEMATODOS INTESTINALES¹	ESCHERICHIA COLI	SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN	OTROS CRITERIOS
1.- USOS URBANOS				
CALIDAD 1.1: RESIDENCIAL ²				
a) Riego de jardines privados. ³	1 huevo/10 L	0 (UFC ⁴ /100 mL)	10 mg/L	2 UNT ⁵
b) Descarga de aparatos sanitarios. ³				OTROS CONTAMINANTES ⁶ contenidos en la autorización de vertido aguas residuales: se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas ⁷ deberá asegurarse el respeto de las NCAs. ⁸
CALIDAD 1.2: SERVICIOS				
a) Riego de zonas verdes urbanas (parques, campos deportivos y similares). ⁹	1 huevo/10 L	200 UFC/100 mL	20 mg/L	10 UNT
b) Baldeo de calles. ⁹				
c) Sistemas contra incendios. ⁹				
d) Lavado industrial de vehículos. ⁹				

¹ Considerar en todos los grupos de calidad al menos los géneros: *Ancylostoma*, *Trichuris* y *Ascaris*.

² Deben someterse a controles que aseguren el correcto mantenimiento de las instalaciones.

³ Su autorización estará condicionada a la obligatoriedad de la presencia doble circuito señalizado en todos sus tramos hasta el punto de uso

⁴ Unidades Formadoras de Colonias.

⁵ Unidades Nefelométricas de Turiedad.

⁶ ver el Anexo II del RD 849/1986, de 11 de abril.

⁷ ver Anexo IV del RD 907/2007, de 6 de julio.

⁸ Norma de calidad ambiental ver el artículo 245.5-a del RD 849/1986, de 11 de abril, modificado por el RD 606/2003 de 23 de mayo.

⁹ Cuando exista un uso con posibilidad de aerosolización del agua, es imprescindible seguir las condiciones de uso que señale, para cada caso, la autoridad sanitaria, sin las cuales, esos usos no serán autorizados

USO DEL AGUA PREVISTO	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE (VMA)				
	NEMATODOS INTESTINALES	ESCHERICHIA COLI	SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN	TURBIDEZ	OTROS CRITERIOS
2.- USOS AGRÍCOLAS¹					
CALIDAD 2. ² a) Riego de cultivos con sistema de aplicación del agua que permita el contacto directo del agua regenerada con las partes comestibles para alimentación humana en fresco.	1 huevo/10 L	100 UFC/100 mL Teniendo en cuenta un plan de muestreo a 3 clases ³ con los siguientes valores: n = 10 m = 100 UFC/100 mL M = 1.000 UFC/100 mL c = 3	20 mg/L	10 UNT	OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido de aguas residuales; se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs. <i>Legionella spp.</i> 1.000 UFC/L (si existe riesgo de aerosolización) Es obligatorio llevar a cabo la detección de patógenos Presencia/Ausencia (<i>Salmonella</i> , etc.) cuando se repita habitualmente que c=3 para M=1.000

¹ Características del agua regenerada que requieren información adicional: Conductividad: 3,0 dS/m ; Relación de Adsorción de Sodio (RAS): 6 meq/L; Boro: 0,5 mg/L; Arsénico: 0,1 mg/L; Cadmio: 0,01 mg/L; Cobalto: 0,05 mg/L; Cromo: 0,1 mg/L; Cobre: 0,2 mg/L; Manganeso: 0,2 mg/L; Molibdeno: 0,01 mg/L; NIQUE: 0,02 mg/L; Selenio : 0,02 mg/L; Vanadio: 0,1 mg/L... Para el cálculo de RAS se utilizará la fórmula:

$$RAS(\text{meq/L}) = \frac{[\text{Na}]}{\sqrt{\frac{[\text{Ca}] + [\text{Mg}]}{2}}}$$

² Cuando existe un uso con posibilidad de aerosolización del agua, es imprescindible seguir las condiciones de uso que señale, para cada caso, la autoridad sanitaria, sin las cuales, esos usos no serán autorizados

³ Siendo n: nº de unidades de la muestra; m: valor límite admisible para el recuento de bacterias; M: valor máximo permitido para el recuento de bacterias; c: número máximo de unidades de muestra cuyo número de bacterias se sitúa entre m y M.

USO DEL AGUA PREVISTO	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE (VMA)				
	NEMATODOS INTESTINALES	ESCHERICHIA COLI	SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN	TURBIDEZ	OTROS CRITERIOS
CALIDAD 2.2					OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido aguas residuales; se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs. <i>Taenia saginata</i> y <i>Taenia solium</i> : 1 huevo/L (si se riegan pastos para consumo de animales productores de carne) Es obligatorio llevar a cabo detección de patógenos Presencia/Ausencia (<i>Salmonella</i> , etc.) cuando se repita habitualmente que c=3 para M=10.000
a) Riego de productos para consumo humano con sistema de aplicación de agua que no evita el contacto directo del agua regenerada con las partes comestibles, pero el consumo no es en fresco sino con un tratamiento industrial posterior. b) Riego de pastos para consumo de animales productores de leche o carne. c) Acuicultura.	1 huevo/10 L	1.000 UFC/100 mL Teniendo en cuenta un plan de muestreo a 3 clases ¹ con los siguientes valores: n = 10 m = 1.000 UFC/100 mL M = 10.000 UFC/100 mL c = 3	35 mg/L	No se fija límite	
CALIDAD 2.3					OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido aguas residuales; se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs. <i>Legionella</i> spp. 100 UFC/L
a) Riego localizado de cultivos leñosos que impida el contacto del agua regenerada con los frutos consumidos en la alimentación humana. b) Riego de cultivos de flores ornamentales, viveros, invernaderos sin contacto directo del agua regenerada con las producciones. c) Riego de cultivos industriales no alimentarios, viveros, forrajes ensilados, cereales y oleaginosas.	1 huevo/10 L	10.000 UFC/100 mL	35 mg/L	No se fija límite	

¹ Siendo n: nº de unidades de la muestra; m: valor límite admisible para el recuento de bacterias; M: valor máximo permitido para el recuento de bacterias; c: número máximo de unidades de muestra cuyo número de bacterias se sitúa entre m y M.

USO DEL AGUA PREVISTO	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE (VMA)				
	NEMATODOS INTESTINALES	ESCHERICHIA COLI	SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN	TURBIDEZ	OTROS CRITERIOS
3.- USOS INDUSTRIALES					
CALIDAD 3.1 ¹					
a) Aguas de proceso y limpieza excepto en la industria alimentaria.	No se fija límite	10.000 UFC/100 mL	35 mg/L	15 UNT	OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido aguas residuales: se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs <i>Legionella spp.</i> : 100 UFC/L
b) Otros usos industriales.		1.000 UFC/100 mL			OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido aguas residuales: se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs. <i>Legionella spp.</i> : 100 UFC/L
c) Aguas de proceso y limpieza para uso en la industria alimentaria	1 huevo/10 L	Teniendo en cuenta un plan de muestreo a 3 clases ² con los siguientes valores: n = 10 m = 1.000 UFC/100 mL M = 10.000 UFC/100 mL c = 3	35 mg/L	No se fija límite	Es obligatorio llevar a cabo detección de patógenos Presencia/Ausencia (<i>Salmonella</i> , etc.) cuando se repita habitualmente que c=3 para M=10.000 <i>Legionella spp.</i> : Ausencia UFC/L Para su autorización se requerirá:
CALIDAD 3.2					- La aprobación, por la autoridad sanitaria, del Programa específico de control de las instalaciones contemplado en el Real Decreto 865/2003, de 4 de julio, por el que se establecen los criterios higiénicos sanitarios para la prevención y control de la legionellosis. - Uso exclusivamente industrial y en localizaciones que no estén ubicadas en zonas urbanas ni cerca de lugares con actividad pública o comercial.
a) Torres de refrigeración y condensadores evaporativos.	1 huevo/10 L	Ausencia UFC/100 mL	5 mg/L	1 UNT	

¹ Cuando exista un uso con posibilidad de aerosolización del agua, es imprescindible seguir las condiciones de uso que señale, para cada caso, la autoridad sanitaria, sin las cuales, esos usos no serán autorizados

² Siendo n: nº de unidades de la muestra; m: valor límite admisible para el recuento de bacterias; c: número máximo permitido para el recuento de bacterias; M: valor máximo de unidades de muestra cuyo número de bacterias se sitúa entre m y M.

USO DEL AGUA PREVISTO	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE (VMA)				
	NEMATODOS INTESTINALES	ESCHERICHIA COLI	SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN	TURBIDEZ	OTROS CRITERIOS
4.- USOS RECREATIVOS					
CALIDAD 4.1 ¹					OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido aguas residuales: se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs.
a) Riego de campos de golf.	1 huevo/10 L	200 UFC/100 mL	20 mg/L	10 UNT	Si el riego se aplica directamente a la zona del suelo (goteo, microaspersión) se fijan los criterios del grupo de Calidad 2.3 <i>Legionella spp.</i> 100 UFC/L (si existe riesgo de aerosolización)
CALIDAD 4.2					OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido aguas residuales: se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs.
a) Estanques, masas de agua y caudales circulantes ornamentales, en los que está impedido el acceso del público al agua.	No se fija límite	10.000 UFC/100 mL	35 mg/L	No se fija límite P_T : 2 mg P/L (en agua estancada)	

¹ Cuando exista un uso con posibilidad de aerosolización del agua, es imprescindible seguir las condiciones de uso que señale, para cada caso, la autoridad sanitaria, sin las cuales, esos usos no serán autorizados

USO DEL AGUA PREVISTO	VALOR MÁXIMO ADMISIBLE (VMA)				
	NEMATODOS INTESTINALES	ESCHERICHIA COLI	SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN	TURBIDEZ	OTROS CRITERIOS
5.- USOS AMBIENTALES					
CALIDAD 5.1 a) Recarga de acuíferos por percolación localizada a través del terreno.	No se fija límite	1.000 UFC/100 mL	35 mg/L	No se fija límite	N _T ¹ : 10 mg N/L NO ₃ : 25 mg NO ₃ /L
CALIDAD 5.2 a) Recarga de acuíferos por inyección directa.	1 huevo/10 L	0 UFC/100 mL	10 mg/L	2 UNT	Art. 257 a 259 del RD 849/1986
CALIDAD 5.3 a) Riego de bosques, zonas verdes y de otro tipo no accesibles al público. b) Silvicultura.	No se fija límite	No se fija límite	35 mg/L	No se fija límite	OTROS CONTAMINANTES contenidos en la autorización de vertido aguas residuales: se deberá limitar la entrada de estos contaminantes al medio ambiente. En el caso de que se trate de sustancias peligrosas deberá asegurarse el respeto de las NCAs.
CALIDAD 5.4 a) Otros usos ambientales (mantenimiento de humedales, caudales mínimos y similares).					La calidad mínima requerida se estudiará caso por caso

¹ Nitrógeno total, suma del nitrógeno inorgánico y orgánico presente en la muestra

ANEXO II

Metodología Analítica

A continuación se detallan las técnicas analíticas y los instrumentos que se emplean para realizar los experimentos

➤ pH y Temperatura

El pH es la medida del grado de acidez o alcalinidad de un medio acuoso y se define como – $\log[H^+]$.

Para la determinación del pH se utiliza un pH-metro marca CRISON, modelo GLP. Antes de la realización de la medida, el aparato debe ser calibrado. Para ello, se utiliza disoluciones tampón de pH 7,00 y 4,01 de la marca CRISON. Una sonda incorporada determina la temperatura.

➤ Conductividad

La conductividad es la expresión numérica de la capacidad del agua de transportar la corriente eléctrica. Indica la cantidad total de iones en el agua.

La determinación se realiza mediante un conductímetro de la marca CRISON, modelo Basic 30 (rango 0.01-19999 $\mu\text{S cm}^{-1}$, error $\leq 0.02 \mu\text{S cm}^{-1}$), según la Norma UNE-EN 27888:1994. Previamente a la medida de la conductividad, el conductímetro se calibra utilizando disolución tampón de 1413 $\mu\text{S cm}^{-1}$.

➤ Turbidez

Se entiende como turbidez a la propiedad óptica de una muestra de dispersar o absorber la luz en lugar de transmitirla en línea recta. En otros términos, se define como la reducción de la transparencia de un líquido originada por la presencia de materias sin disolver.

Para medir este parámetro se utiliza un turbidímetro Hanna LP 2000 (error $\leq 0.2 \text{ NTU}$), según la norma ISO 7027:1999. Previamente a la medida, es necesario calibrar el instrumento con agua destilada. Los resultados se expresan en unidades nefelométricas de turbidez (NTU).

➤ Sólidos en Suspensión

La determinación de los sólidos en suspensión se realiza con un fotómetro multiparamétrico Hach Lange DR 2800 según el método estándar 2540 D.

➤ Oxígeno Disuelto

Para la determinación del oxígeno disuelto se utiliza un fotómetro multiparamétrico Hanna HI 83099. El oxígeno disuelto se mide según el método normalizado 4500-O C en un rango de 0-10 mg L $^{-1}$, con una precisión de $\pm 0.4 \text{ mg L}^{-1}$ y una desviación de $\pm 0.1 \text{ mg L}^{-1}$.

➤ Carbono Orgánico Disuelto

Con objeto de cuantificar la materia orgánica disuelta se mide el Carbono Orgánico Disuelto (COD) según el método estándar 5310 B.

A continuación se muestra el fundamento del equipo:

El COD se determina por diferencia entre el carbono total (CT) y el carbono inorgánico (CI). Tras filtrar la muestra a analizar por un filtro ($0.45\text{ }\mu\text{m}$) cuyo objetivo es la eliminación de la materia en suspensión, parte de la muestra se inyecta en una cámara a elevada temperatura donde se encuentra un catalizador oxidante que convierte el carbono orgánico a CO_2 , el cual se mide por medio de un analizador infrarrojo no dispersivo obteniendo el CT. El CI se mide inyectando muestra en una cámara rellena de cuentas de cuarzo cubiertas de ácido fosfórico de modo que todo el CI es convertido a CO_2 .

Los aparatos y materiales utilizados se listan a continuación:

- Analizador de Carbono Orgánico Total *Shimadzu*, modelo *TOC-V_{CSH}* (figura AII.1)
- Viales de 40 mL.
- Filtros de jeringa de $0.45\text{ }\mu\text{m}$.



Figura AII.1. Fotografía del analizador de Carbono Orgánico Total

Los reactivos empleados son:

- Agua milli-Q.
- Ácido fosfórico al 25% (Carlo Erba, calidad de análisis)
- Ácido clorhídrico 2 N (Panreac, calidad de análisis)
- Aire purificado como gas portador.

La validación de la metodología del análisis de COD se realiza mediante el análisis de la sensibilidad y reproducibilidad del método.

- La determinación de la *sensibilidad* de un método consiste en la determinación del límite de detección (L.D.), es decir, el valor de COD por debajo del cual el equipo no detecta ninguna señal y el límite de cuantificación (L.Q.), es decir, valor de COD por debajo del cual el equipo es capaz de detectar señal pero no de cuantificarla.
- La *reproducibilidad* es la capacidad de un método para dar el mismo resultado en mediciones diferentes realizadas en las mismas condiciones. Se expresa mediante un porcentaje denominado coeficiente de variación (C.V.).

Para la determinación de la sensibilidad y reproducibilidad del COD se analizan 8 y 10 réplicas, respectivamente, de un mismo patrón de concentración conocida y preparados a partir de un la disolución stock de 1000 mg L^{-1} . Tras el análisis se realizan los siguientes cálculos:

$$\text{LD} = 3 \cdot DS$$

$$LQ = 10 \cdot DS$$

$$CV(\%) = \frac{DS \cdot 100}{\bar{R}}$$

donde DS es la desviación estándar de las correspondientes réplicas y \bar{R} la media de los mismos.

En la tabla AII.1 se muestran el L.D., L.Q. y C.V. obtenidos:

Tabla AII.1. Límite de cuantificación, límite de detección y coeficiente de variación del analizador de carbono orgánico disuelto.

	COD (mg C L ⁻¹)
LD	1
LQ	3
CV (%)	6

➤ Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La DQO se define como la cantidad de oxígeno (mg O₂/L) consumido por las especies reductoras presentes en el agua, mediante oxidantes químicos, sin intervención de los organismos vivos. La medida corresponde a una estimación de las materias oxidables presentes en el agua, cualquiera que sea su origen, orgánico o mineral.

Para la realización de la medida se utiliza un fotómetro Multi- parámetro de HANNA, modelo HI 83099. El instrumento contiene una lámpara de tungsteno controlada por microprocesador y filtros ópticos de banda estrecha especiales que permiten realizar lecturas extremadamente precisas y repetibles. El método se basa en la adaptación del método 410.4 EPA.

➤ Demanda de Cloro (DC)

La demanda de cloro (DC) es la cantidad mínima de cloro que es necesario añadir para que, tras la oxidación y desinfección, quede un determinado nivel de cloro residual (o libre) y de este modo, asegurar la calidad microbiológica del agua potable hasta el punto de consumo. Para su cálculo se utiliza el método estándar 5710 B.

El método consiste en adicionar un exceso de cloro (D₀) a la muestra acuosa y determinar el cloro residual (R) que esta contiene tras un tiempo mínimo. La cantidad exacta de cloro añadido a la muestra se calcula mediante valoración con tiosulfato sódico según la ecuación

$$D_0 = V_{Tiosulfato} \cdot N_{Tiosulfato} \cdot 35,5 \cdot \frac{1000}{V_{Muestra}}$$

Tras un tiempo mínimo de 4 horas en oscuridad se mide el cloro residual (R) mediante valoración con tiosulfato sódico según la ecuación

$$R = V_{Tiosulfato} \cdot N_{Tiosulfato} \cdot 35,5 \cdot \frac{1000}{V_{Muestra}}$$

La DC se calcula como diferencia de D_0 y R , según la siguiente ecuación:

$$DC = D_0 - R$$

➤ Dureza

Para determinar la dureza se usa un fotómetro multiparamétrico Hanna HI 83099. La dureza se mide según el método estándar 2340 B. Para ello, se mide la dureza calcio a través del método estándar Calmagita (rango 0-2.70 mg L⁻¹, precisión ±0.11 mg L⁻¹ y desviación ±0.01 mg L⁻¹) y la dureza magnesio a través del método normalizado Colorimétrico EDTA (rango 0-2 mg L⁻¹, precisión ±0.11 mg L⁻¹ y desviación ±0.02 mg L⁻¹).

➤ Aniones

La determinación de la concentración de aniones (fluoruro, cloruro, nitrato, nitrito, bromuro, fosfato y sulfato) se realiza según el método normalizado 4110 B.

Fundamento del método:

Los aniones se separan según sus afinidades relativas mediante un intercambiador de baja capacidad fuertemente aniónico con base de estireno divinilbenceno. A continuación los aniones pasan por un supresor donde se transforman en su forma ácida que se miden por conductividad y se identifican sobre la base del tiempo de retención comparado con patrones.

Los aparatos y materiales utilizados se listan a continuación:

- Cromatógrafo iónico DIONEX ICS-1000 con columna de intercambio aniónico IonPac AS23 y automuestreador DIONEX AS40 (Figura AII.2)
- Viales de 5 mL especiales para el automuestreador.
- Balanza analítica con resolución de 0.1 mg.
- Matraces de 100 mL.
- Filtros de jeringa de 0.22 µm.



Figura AII.2. Fotografía del cromatógrafo iónico

Los reactivos empleados son:

- Agua ultrapura.
- Solución diluyente (carbonato sódico / bicarbonato sódico, Panreac, calidad de análisis).
- Soluciones aniónicas patrón preparadas a partir de las correspondientes sales:
 - Fluoruro sódico (Panreac, calidad de análisis)
 - Cloruro sódico (Carlo Erba, calidad de análisis)
 - Nitrato sódico (Panreac, calidad de análisis)

- Nitrito sódico(Panreac, calidad de análisis)
- Bromuro sódico(Panreac, calidad de análisis)
- Dihidrógeno fosfato de potasio(Panreac, calidad de análisis)
- Sulfato potásico(Carlo Erba, calidad de análisis)

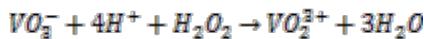
➤ Concentración de H₂O₂

Para la determinación semicuantitativa de peróxido de hidrógeno se usa un test indicador de peróxidos Merckoquant®, basado en comparación colorimétrica. La peroxidasa presente en unas tiras de papel transfiere el oxígeno del peróxido a un indicador redox orgánico, formándose un producto de oxidación azul (0.5-25 mg L⁻¹ y 1-100 mg L⁻¹) o pardo-amarillo (100-1000 mg L⁻¹).

También se realiza la determinación del peróxido de hidrógeno mediante un método espectrofotométrico.

El fundamento del método se muestra a continuación:

El metavanadato reacciona con el peróxido de hidrógeno en medio ácido formando un catión de color rojo-anaranjado. La absorbancia de esta sustancia medida a 450 nm puede relacionarse con la concentración de H₂O₂ presente en la disolución mediante la siguiente reacción estequiométrica:



Los aparatos y materiales utilizados se listan a continuación:

- Matraz aforado 10 mL.
- Espectrofotómetro Hach Lange DR 2800.

Los reactivos empleados son:

- Disolución ácida de metavanadato de amonio (60 nM).

Se toma un volumen variable de muestra (entre 1 y 8 mL) para que la sensibilidad del método analítico sea la máxima en el rango de concentraciones de operación. Se añaden 1030µL de una disolución de metavanadato de amonio 60 mM y se enrasta con agua destilada en el matraz. Después de agitar la mezcla se determina la absorbancia a 450 nm. Hay que asegurarse que el valor de la absorbancia obtenida se encuentra en el rango de 0,1 y 1. Si el valor de la absorbancia no se encuentra dentro de este rango, hay que modificar el volumen de muestra añadida.

La concentración de peróxido de hidrógeno (mol/L) presente en la muestra se determina mediante la siguiente ecuación:

$$[H_2O_2] = A_{450\text{ nm}} \cdot \frac{V_{\text{Matraz}}}{V_{\text{Muestra}} \cdot 283}$$

➤ E. Coli

Para el recuento de bacterias se recurre a la metodología de análisis microbiológico de EDARs basado en la norma UNE-EN ISO 9308-1 de calidad del agua, concretamente, de detección y recuento de Escherichia Coli y bacterias coliformes según el método de filtración en membrana .Donde en primer lugar, se

I lleva a cabo la filtración de porciones de ensayo a través de membranas ($0,4\mu\text{m}$) que retienen las bacterias. Se prepara un medio de cultivo selectivo, que para la E. Coli es agar MacCokey (Sharlau). Consiste en disolver 10.3 g de agar en 200ml de agua destilada y llevar a ebullición. Con ello se preparan unas 14 placas que deben esterilizarse 15 minutos a 121°C . El cultivo se realiza de forma directa sobre la placa de Petri añadiendo un volumen de muestra adecuado que permita una posterior lectura correcta de la placa. Las placas se incuban a $(36 \pm 2)^\circ\text{C}$ durante (21 ± 3) h y posteriormente se efectúa el recuento de las colonias presentes en la membrana. Los resultados se expresan en UFC/100 mL.

➤ Toxicidad

La determinación de la toxicidad se realiza según la norma ISO 11348:1999. Este método está basado en el principio de inhibición de la bioluminiscencia natural de las bacterias marinas *Vibrio Fischeri*. Los compuestos tóxicos presentes en las muestras inhiben la emisión de la luz emitida por estas bacterias lo cual se mide con un luminómetro.

Los aparatos, materiales y reactivos utilizados se listan a continuación:

- Medidor de toxicidad LUMISTox 300 e incubador LUMISTherm (Dr. Lange) (Figura AII.3)
- Bacterias luminiscentes secas y congeladas de cepa *Vibrio Fischeri* NRRL-B-11177.
- Solución patrón de dicromato potásico 0.08M.
- Solución de glucosa/cloruro sódico a pH 7.0 para la reactivación de bacterias.
- Soluciones de NaCl al 7.5% y 2%.
- Cubetas de cristal y cubetas correctoras de color.
- Pipetas de 1 mL y 5 mL.



Figura AII.3. Medidor de toxicidad

➤ Cloroformo

Para determinar la concentración de cloroformo durante los tratamientos aplicados se utiliza el método EPA 524.2.

Este método está basado en sistema "head space" acoplado a un cromatógrafo de gases/espectrómetro de masas (HS/GC/MS). Esta técnica consiste en el análisis de una muestra en fase vapor, en equilibrio termodinámico con la muestra contenida en un vial cerrado. Bajo estas condiciones, la cantidad de compuestos volátiles en el espacio de cabeza es proporcional a su concentración en

la muestra. La detección de los compuestos se realiza con un espectrómetro de masas con analizador de cuadrupolo.

Los aparatos, materiales y reactivos utilizados se listan a continuación:

- Cromatógrafo de gases *TermoQuest "TRACE GC 2000"* con columna capilar de análisis de volátiles y espectrómetro de masas *TermoQuest "TRACE 2000"* (Figura AII.4).
- Automuestreador con espacio de cabeza *TermoQuest "HS 2000"*.
- Equipo informático con el programa informático *Xcalibur 1.2*.
- Viales de 20 mL, especiales para el automuestreador (para muestras y patrones), de 50 y 25 mL para la preparación de madres y patrones y de 10 mL ámbar para la conservación del patrón interno.
- Sellos de aluminio de 20 mm y discos o *septa* de teflón/silicona de 20 mm.
- Capsulador y descapsulador para viales de 20 mL.
- Pipetas de vidrio de 100 mL y 50 mL aforadas.
- Pipeta automática (500-5000 µL).
- Jeringas que cubran el rango entre 10 mL y 10 µL.
- Agujas estériles de 0.8 mm x 40 mm NR.2.
- Nitrógeno (calidad N60).
- Helio (calidad N55 o superior).
- Agua ultrapura.
- Metanol (Panreac, calidad HPLC).
- NaCl (Carlo Erba, calidad PRS-CODEX).



Figura AII.4. Equipo de análisis mediante GC/MS

Las condiciones cromatográficas de análisis a través de esta técnica se muestran en la tabla AII.2.

Tabla AII.2. Condiciones cromatográficas para analizar cloroformo por HS/GC/MS.

Inyector automático HS 2000	
Temperatura de la jeringa	80 °C
Temperatura de incubación	70 °C
Tiempo de incubación	30 min

Tabla AII.2. Condiciones cromatográficas para analizar cloroformo por HS/GC/MS (Continuación)

Cromatógrafo de gases TRACE GC 2000 (TermoFinnigan)	
Columna	DB-624 (J&W, 30 m, 0.32 mm, 1.8 µm)
Programas de temperaturas	45 °C (11 min) - 3 °C min ⁻¹ - 75 °C (6 min) - 3 °C min ⁻¹ - 95 °C - 8 °C min ⁻¹ - 165 °C - 20 °C min ⁻¹ - 225 °C (5min)
Temperatura del inyector	250°C
Volumen de inyección	2 mL, split
Flujo de split	20 mL min ⁻¹
Relación de split	1/20
Gas portador	Helio
Espectrómetro de masas TRACE	
Temperatura de la interfase	225 °C
Temperatura de la fuente	200 °C
Energía de emisión	150 µA
Energía de ionización	70 eV
Modo adquisición	SIM
Velocidad de barrido	1 scan s ⁻¹
Tiempo de adquisición	45 min

Para validar la metodología de análisis de cloroformo se calculan los límites de detección y cuantificación, los intervalos de calibración y validez y la precisión. Para la medición de este último parámetro se calcula la reproducibilidad, capacidad de un método para dar el mismo resultado en mediciones diferentes realizadas en las mismas condiciones, y la repetibilidad, variación que ocurre entre mediciones hechas por el mismo operador.

Los resultados de la validación de la metodología de análisis de cloroformo y 2-propanol se muestran en tabla AII.3.

Tabla AII.3. Resultados de la validación de la metodología del análisis de cloroformo y 2-propanol.

Parámetro	Cloroformo
Límite de detección (µg L ⁻¹)	1
Límite de cuantificación (µg L ⁻¹)	5
Intervalo de calibración (µg L ⁻¹)	5-100
Intervalo de validez (µg L ⁻¹)	5-100000
Precisión	Reproducibilidad Repetibilidad
	16.4 9.5

➤ Plaguicidas

El análisis de plaguicidas se realiza de acuerdo al método 525.2 de la EPA

Este método consiste en una extracción sólido-líquido como paso previo al análisis de las mismas mediante GC/MS. La extracción sólido-líquido se basa en la retención de los compuestos orgánicos en una fase sólida al pasar una muestra acuosa a su través, y su posterior elución con un disolvente orgánico. La *cromatografía de gases* está basada en la distribución de los compuestos entre una fase móvil gaseosa y una fase estacionaria líquida inmovilizada sobre la superficie

de un sólido inerte. La cuantificación de estos compuestos se realiza mediante *espectrometría de masas*, por la cual las moléculas son ionizadas y fragmentadas mediante un sistema de ionización de impacto electrónico.

Los aparatos, materiales y reactivos utilizados se listan a continuación:

- Extractor sólido-líquido Isolute VacMaster (Figura AII.5)
- Concentrador de nitrógeno.
- Granatorio y balanza analítica con resolución 0.1 mg.
- Inyector automático para muestras líquidas (AS 2000) con jeringa de 10 μL .
- Columna cromatográfica de alta resolución DB-5MS.
- Cromatógrafo de gases *TRACE 2000* y espectrómetro de masas *POLARIS*.
- Equipo informático con el programa informático *Xcalibur 1.2*.
- Tubos de ensayo y viales de 2 mL, 5 mL y 50 mL.
- Pipetas Pasteur.
- Jeringas de 10 μL , 100 μL , 1 mL y 5 mL.
- Matraces de 10 mL y 100 mL.
- Cartuchos ISOLUTE ENV+ 200 mg.
- Acetato de etilo (Panreac, calidad de análisis), metanol (Panreac, calidad de análisis) e isoctano (Scharlau, calidad de análisis).
- Sulfato de sodio anhidro (Panreac, calidad de análisis).
- Agua ultrapura.
- Nitrógeno de calidad mínima N-50 y helio N-55 o superior.
- Patrones comerciales de los plaguicidas a determinar.
- Patrones surrogates: Atrazina-D5, Simazina-D5 y Prometrina-D6.
- Antraceno-D10.



Figura AII.5. Extractor sólido-líquido

Para la extracción líquido-líquido, se llena la botella con la muestra y se pesa con el tapón. A continuación se prepara el cartucho C18 mediante la adición para lo que son necesarios 3 mL de metanol, 3 mL de acetato de etilo y 6 mL de agua millipore. Tras hacer esto se coge la conducción del extractor y se realiza la conexión con la botella. Para encenderlo es necesario primero tapar el agujero para hacer vacío y controlar que la presión este entre 5-8 mmHg.

Después de pasar aproximadamente 500 mL de la muestra se quita primero el tapón del agujero y se apaga el extractor. Se pesa la botella vacía con el tape. Se deben limpiar las conducciones con metanol y agua ultrapura.

Se prepara la columna de sulfato de sodio para lo que debe haberse tenido en la estufa a 150°C durante al menos 2 horas. Se rellena una pipeta Pasteur colocando primero un poco de lana de vidrio para evitar que se caiga. Se coloca en la pinza o soporte y se pasan unos 5 mL de diclorometano para activar la columna.

A continuación se procede a la recogida de los plaguicidas. Para ello se sitúa un pequeño tubo en la parrilla interior, se recoloca el cartucho y se pasan a través de él 4 mL de acetato de etilo que se recogen en el tubo. Estos plaguicidas se pasan por la columna de sulfato y se recogen en un tubo de ensayo. Se lavan las paredes del tubo con acetato de etilo que se pasa también con la columna para recoger los posibles restos.

Hay que reducir el volumen de la muestra hasta 2 mL con el concentrador de nitrógeno. Se añaden 4 mL de isoctano y se vuelve a concentrar hasta 1,5 mL. Se lavan las paredes del tubo de ensayo con isoctano y se llena el vial. El vial se debe pesar en primer lugar vacío y posteriormente lleno, ambas veces con el tapón puesto. Para corregir posibles diferencias de volumen con el método se recurre a un factor de concentración que se calcula con las siguientes ecuaciones. Primero hay que averiguar el volumen real de la muestra que será:

$$V_M = \frac{Peso(g) Botella_{llena} - Peso(g) Botella_{vacía}}{1}$$

Para el volumen del extracto fina hay que tener en cuenta la densidad del isoctano que es de 0,692 g/L.

$$V_E = \frac{Peso(g) Vial_{lleno} - Peso(g) Vial_{vacío}}{0,692}$$

$$F.C. = \frac{V_M}{V_E}$$

Por último la concentración de la botella corregida será:

$$C_M = \frac{C_E}{F.C.}$$

Las condiciones cromatográficas utilizadas se encuentran en la tabla AII.4 y en la tabla AII.5, los límites de detección, intervalos de calibración y validez que sirven para todos los plaguicidas analizados.

Tabla AII.4. Condiciones de análisis de plaguicidas.

Cromatógrafo de gases TRACE GC 2000 (ThermoFinnigan)	
Columna	DB5-MS (J&W, 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm)
Programa de temperaturas	90 °C (1 min) – 20 °C min ⁻¹ – 180 °C (1 min) – 2 °C min ⁻¹ – 240 °C (1 min) – 20 °C min ⁻¹ – 310 °C (10 min)
Temperatura del inyector	250°C
Volumen de inyección	1 µL, splitless 0.8 min.
Gas portador	He (N55), 1mL min ⁻¹
Espectrómetro de masas POLARIS (ThermoFinnigan)	
Energía de ionización	70 eV
Modo adquisición	Full scan
Rango de masas	50-450 amu
Velocidad de barrido	1 scan s ⁻¹
Tiempo de adquisición	32.5 min.
Biblioteca de referencia	Nist

Tabla AII.5. Límites e intervalos de detección del método

	Límite de cuantificación ($\mu\text{g L}^{-1}$)		Intervalo de calibración ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Intervalo de validez ($\mu\text{g L}^{-1}$)
	Etapa instrumental	Método completo		
Rango	20-50	0,015-0,03	20-500	0,03-300

➤ Nonilfenoles

Este procedimiento especifica el método de análisis mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC/MS), previa extracción líquido-líquido. La extracción se basa en una mayor solubilidad de los compuestos orgánicos en una fase orgánica respecto de la fase acuosa en la cual se encuentran. Una vez que los analitos se encuentran en la fase orgánica (extracto), es importante la eliminación de posibles trazas de agua, así como de artefactos. La deshidratación del extracto se lleva a cabo en una columna que contiene sulfato de sodio anhídrico (retiene el agua). Las interferencias en el método pueden originarse por sustancias contaminantes en los disolventes, reactivos, material de vidrio y cualquier otro material utilizado.

Los aparatos, materiales y reactivos utilizados se listan a continuación:

- Embudos de decantación de 2 L.
- Matraz de 250 mL.
- Tubos de ensayo.
- Tubos de ensayo ámbar.
- Pipetas Pasteur.
- Lana de vidrio.
- Chupetes de silicona.
- Viales ámbar de 2 mL con tapón de rosca.
- Estufa que trabaja a 150 °C, aproximadamente.
- Congelador.
- Granatario.
- Balanza analítica con resolución 0.1 mg.
- Concentrador de nitrógeno para volúmenes pequeños.
- Rotavapor Heidolph VV 2000 (Figura AII.6)
- Inyector automático para muestras líquidas (Serie 7673) con jeringa de 10 μL y 50mm de longitud de aguja.
- Cromatógrafo de gases (GC 6890).
- Espectrómetro de masas (MSD 5975).
- Columna cromatográfica de alta resolución DB-5MS de dimensiones: 30m*0.25mm*0.25 μm
- Sistema de registro y tratamiento de datos (ordenador), con el programa informático ChemStation.
- Viales de 2mL, con septum y tapón roscado.
- Jeringa de 10 μL , 100 μL y de 1 mL.
- Matraces de 10mL.
- Viales de 10mL de tapón de sellado.
- Balanza analítica de resolución 0,1mg.
- Nevera.
- Hexano (Panreac, calidad de análisis), metanol (Panreac, calidad de análisis), diclorometano (Panreac, calidad de análisis),
- Sulfato de sodio anhídrico (Panreac, calidad de análisis).
- Agua ultrapura.

- Nitrógeno de calidad mínima N-50 y helio N-55 o superior.
- Patrón surrogate 4n-nonilfenol-D8



Figura AII.6. Rotavapor

El procedimiento para la extracción líquido-líquido es el siguiente:

Se añaden a 500 mL de la muestra de agua 2 μ L de la madre de surrogate de 20 ng/L en acetona, necesario para la posterior cuantificación de los nonilfenoles.

Se llenan las botellas con la muestra, se les pone el tape y se pesan. Después se trasvaza el contenido de la botella al embudo de decantación y se vuelve a pesar la botella vacía con el tape. Se calcula el volumen de agua trasvasada como:

$$V_M = \frac{Peso(g) \text{botella}_{llena} - Peso(g) \text{botella}_{vacía}}{1}$$

Se añaden aproximadamente 60 mL de diclorometano en el embudo y se procede a la agitación. Esta consiste en 1 minuto agitando, 5 minutos descansando y 5 minutos agitando. Durante los 5 minutos que está descansando, es conveniente abrir la llave del embudo para eliminar los gases acumulados. Se deja decantar en el soporte en la campana 10 min. Transcurridos los 10 minutos, se recogen los 60 mL de extracto en un matraz. Se repite el paso anterior dos veces más, para conseguir finalmente 180 mL de extracto.

Es conveniente guardar en el congelador durante varias horas para que la posible agua que se haya arrastrado en la extracción se congele. Una vez congelado se transfieren los 180 mL a un matraz de bola del rotavapor, donde se concentra hasta aproximadamente 1 mL. Se ajusta la temperatura entorno a 40 °C ya que la temperatura de ebullición del diclorometano es 39-40 °C. Se cierra la salida de gases y se conecta la refrigeración.

Se prepara una columna con sulfato de sodio deshidratado y seco. Para ello, se coge una pipeta Pasteur y se introduce un poco de lana de vidrio con el fin de que el sulfato de sodio no se salga. Se rellena la pipeta con el sulfato de sodio. Esta columna se debe activar, y se debe introducir en la estufa a 150 °C un mínimo de 2 horas. Posteriormente se pasa lo equivalente a una pipeta Pasteur de diclorometano por la columna. Una vez activada la columna, se pasa todo el extracto que se ha concentrado en el rotavapor y se recoge en un tubo de ensayo.

A continuación se eluye la columna con hexano, para arrastrar posibles compuestos que hayan quedado atrapados en la columna. El hexano empleado en la elución se añade primero al matraz del rotavapor en el que estaba el extracto para arrastrar lo que haya podido quedar en él y de ahí se pasa a la columna. Esta acción se realiza en varias etapas empleando un volumen de hexano de

aproximadamente 2 mL de cada vez. Durante todo este proceso no se debe dejar en ningún momento que la columna se seque.

Se concentra el extracto con corriente de nitrógeno hasta que quede 1 mL aproximadamente y se añaden 4 mL de hexano al extracto que queda, y se vuelve a concentrar en corriente de nitrógeno hasta que el volumen sea de aproximadamente 1 mL.

Se pesa el vial ámbar de 2 mL en la balanza de precisión con el tape puesto y se transfiere el extracto al vial con pipeta Pasteur. Se lava el tubo de ensayo con un poco de hexano para arrastrar el extracto que haya podido quedar en el tubo. Se sigue concentrando el extracto en el vial hasta que quede un volumen de extracto de aproximadamente 500 µL.

Se pesa el vial lleno con el tape en la balanza de precisión.

$$V_E (\text{mL}) = \frac{\text{Peso (g) vial lleno} - \text{Peso (g) vial vacío}}{0,662}$$

Se divide el volumen de muestra entre el volumen de extracto, obteniéndose así el Factor de Concentración.

$$F.C = \frac{V_M}{V_E}$$

Por último la concentración de la botella corregida será:

$$C_M = \frac{C_E}{F.C.}$$

En la tabla AII.6 se muestran las condiciones en las que opera el CG/SM

Tabla AII.6. Condiciones de análisis del CG/SM

Cromatógrafo de gases GC 6890	
Columna	DB5-MS (J&W, 30 m, 0.25 mm, 0.25 µm)
Programa de temperaturas	60°C(1 min)-140°C (10°C/min)-300°C (6°C/min)-300°C (15 min)
Temperatura del inyector	280°C
Modo de inyección	Pulsed splitless (solvent delay: 5 min)
Volumen de inyección	1 µL
Gas portador	He (N55)
Espectrómetro de masas MSD 5975	
Energía de ionización	70 eV
Modo adquisición	SIM
Rango de masas	50-550 amu
Tiempo de adquisición	50.67 min.
Compuesto de bloqueo	Antraceno-D10
Tiempo de bloqueo	19.79 min.
Biblioteca de referencia	NIST y AMDIS

La bibliografía consultada para la realización de este anexo ha sido:

Environmental Protection Agency.

- Method 200.7 and 200.8: *Trace Element in water/wastes by ICP*
- Method 300.0: *Determination of inorganic anions by ion chromatography*. 1993.

- Method 300.7: *Disolved Sodium, Amonium, Potassium, Magnesium and Calcium in Wet Deposition by chemically Suppressed Ion Cromatography.*
- Method 418.1: *Petroleum Hydrocarbons, Total Recoverable.*
- Method 524.2: *Measurement of purgeable organic compounds in water by capillary column gas chromatography/mass spectrometry*
- Method EPA 525.2: *Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry-Revision 2.0.*
- Method 550: *Determination of Polycyclic Aromatic Hidrocarbons in Drinking Water by liquid-liquid extraction and HPLC with coupled ultraviolet and fluorescence detection.* July 1990
- Method 624: *Purgeables.*
- Method 625: *Base/neutrals and acids.* 40 CFR Part 136, 43385; Federal Register 49, No. 209.
- Method 1625: *Volatile Organic Compounds- Isotope Dilution.*
- Method 3550: *Extraction of organophosphorous compounds from solid matrices.* 1984.
- Method 3665: *Sulfuric acid/Permanganate cleanup*

Standard methods for the Examination of Water and Wastewater, APHA-AWWA-WPCF. Edición 21.

- Method 2120: *color*
- Method 2350-B: *Oxidant demand/requierement. Chlorine demand.* 2-40.
- Method 2540-D: *Determination of suspended solids. Gravimetric Method.*
- Method 3120 B: *Metals by plasma emission/ nductively Coupled Plasma (ICP).* 3-38.
- Method 3500-Ca-B: *EDTA-Trimetric Method.*
- Method 3500 Mg-B: *Magnesium. Calculation method.* 3-83
- Method 4110-B: *Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity.* 4-2
- Method 4500-CN⁻ (apartados A, B, C y E) & tabla 1060:I.
- Method 4500 H-B: *Determination of pH. Electrometric method.*
- Method 4500-O C: *Oxygen dissolved. Azide modification.* 4-131
- Method 4500-P B,C,E: *Phosphorous. Sample preparation; Vanadomolybdophosphoric Acid Colorimetric Method; Ascorbic Acid Method.*
- Method 5210 B: *Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno en cinco días.*
- Method 5310-B: *Total Organic Carbon. High Temperature Combustion Method.*
- Method 5520 C: *Oil and Grease. Partition-Infrared Method.* 5-37
- Method 5520 F: *Oil and Grease. Hidrocarbons.* 5-39.
- Method 5540 C. *Surfactants. Anionic surfactants as MBAS.* 5-47.
- Method 6200: *Volatile Organics Compounds.*
- Method 6410: *Extractable Base/Neutrals and Acids*
- Method 6440B: *Liquid-liquid Extraction Chromatographic Method*

UNE-EN ISO 5663/840: *Determination of Kjeldahl-nitrogen Method after mineralization with selenium.*

UNE-EN ISO 7888:1985: *determinación de conductividad por el método electrométrico.*

UNE-EN ISO 7899-2. *Detección y recuento de enterococos intestinales.* Parte 2: Método de filtración de membrana. Mayo 2001.

UNE-EN ISO 9308-1. *Detección y recuento de Escherichia coli y de bacterias coliformes.* Parte 1: Método de filtración en membrana. Octubre 2001.

UNE-EN 13506:2002 *Determinación del mercurio por espectrometría de fluorescencia atómica.*

UNE-EN 26461-2. *Detección y recuento de los esporos de microorganismos anaerobios sulfito-reductores (clostridia).* Parte 2: Método de filtración por membrana. Junio 1995.

U.S. Environmental Protection Agency. Method 600/8-90/004: *PCBs* P. J. Marsden, Analysis of PCBs. EMSL-Las Vegas, NV.

ANEXO III

**Resultados de los parámetros orgánicos
hallados a la salida de la EDAR**

Tabla 1. Parámetros orgánicos analizados a la salida de EDAR

Compuesto	Concentración ($\mu\text{g/L}$)	Compuesto	Concentración ($\mu\text{g/L}$)
1,1,1-tricloroetano	<5	fenantreno	<0.02
1,2,3,4-tetraclorobenceno	<0.02	fluoranteno	<0.02
1,2,3,5-tetraclorobenceno	<0.02	fluoreno	<0.02
1,2,3-triclorobenceno	<0.015	heptacloro	<0.015
1,2,4,5-tetraclorobenceno	<0.02	heptacloro epoxi A	<0.015
1,2,4-triclorobenceno	<0.015	heptacloro epoxi B	<0.015
1,2-diclorobenceno	<5	hexaclorobenceno	<0.015
1,2-dicloroetano	<5	hexaclorobutadieno	<0.015
1,3,5-triclorobenceno	<0.015	hidrocarburos	83
1,3-diclorobenceno	<5	indeno(123-cd)pireno	<0.02
1,4-diclorobenceno	<5	isodrin	<0.015
2(3h)-benzotiazolona	<0.1	isopropilbenceno	<5
2,2'-ditiobisbenzotiazol	<0.1	isoproturon	<0.015
2-mercaptobenzotiazol	<0.1	m,p-xileno	<5
2-metilbenzotiazol	<0.1	m-cloroanilina	<0.1
3,4-dicloroanilina	<0.015	m-cloronitrobenceno	<0.1
3-metil-1,2-benzoisotiazol	<0.1	metolacloro	<0.015
4,4'-diclorobenzofenona	<0.015	metoxicloro	<0.015
4-isopropilanilina	<0.015	molinato	<0.015
4n-nonilfenol	0.03	n,n-dimetilanilina	<0.1
acenafteno	<0.02	naftaleno	<0.02
acenaftileno	<0.02	nitrobenceno	<0.1
ácido fosfoditioico	<0.1	n-metilanilina	<0.1
a-endosulfan	<0.015	nonilfenol technical	1.8
a-HCH	<0.015	o,o,s-trimetil ester	<0.1
alacloro	<0.015	o-cloroanilina	<0.1
aldrin	<0.015	o-cloronitrobenceno	<0.1
a-metilestireno	<5	o-xileno	<5
ametrina	<0.015	paration etil	<0.015
anilina	<0.1	paration metil	<0.015
antraceno	<0.02	PCB087	<0.02

Tabla AIII.1. Parámetros orgánicos analizados a la salida de EDAR (Continuación)

Compuesto	Concentración ($\mu\text{g/L}$)	Compuesto	Concentración ($\mu\text{g/L}$)
a-metilestireno	<5	o-xileno	<5
ametrina	<0.015	paration etil	<0.015
anilina	<0.1	paration metil	<0.015
antraceno	<0.02	PCB087	<0.02
atrazina	<0.1	PCB095	<0.02
benceno	<5	PCB101	<0.02
benceno isotiocianato	<0.1	PCB105	<0.02
benzo(a)antraceno	<0.02	PCB138	<0.02
benzo(a)pireno	<0.02	PCB141	<0.02
benzo(b)fluoranteno	<0.02	PCB149	<0.02
benzo(ghi)perileno	<0.02	PCB153	<0.02
benzo(k)fluoranteno	<0.02	PCB170	<0.02
benzotiazol	<0.1	PCB174	<0.02
b-HCH	<0.015	PCB180	<0.02
bromodiclorometano	<5	PCB187	<0.02
bromoformo	<5	PCB194	<0.02
carbazola	<0.02	p-cloroanilina	<0.1
c-HCH	<0.015	p- cloronitrobenceno	<0.1
clorfenvinfos	<0.015	pentaclorobenceno	<0.015
clorobenceno	<5	percloroetileno	<5
cloroformo	4.4	pireno	<0.02
clorpirifos	<0.015	pp'-DDD+op'-DDT	<0.015
criseno	<0.02	pp'-DDE	<0.015
desetilatrazina	<0.015	pp'-DDT	<0.015
d-HCH	<0.015	prometon	<0.015
dibenzo(ah)antracen o	<0.02	prometrina	<0.015
dibromoclorometano	<5	propazina	<0.015
diclorometano	<5	simazina	<0.015
dicofol	<0.015	terbutilazina	<0.015
dieldrin	<0.015	terbutrina	<0.015
dimetoato	0.272	tetraclorometano	<5
diuron	<0.015	tetradifon	<0.015
endosulfan sulfato	<0.015	tolueno	<5
endrin	<0.015	tricloroetileno	<5
estireno	<5	trifluralina	<0.015
etilbenceno	<5		

Tabla AIII.2. Microcontaminantes orgánicos (detergentes)

Compuesto	Concentración ($\mu\text{g/L}$)
Detergentes catiónicos	ND
Detergentes no-iónicos:	
· Alcoholes polipropoxilados (AOPs)	272
· 4n-nonilfenol	0.03
· Nonilfenol technical	1.8
· Nonilfenol etoxilados (1-2)	5.44
Detergentes aniónicos:	
· Alquilbencenos sulfonados (LAS)	162
· Alquilbencenos C10-14 (metabolitos)	2.15
ND: no detectado	

Tabla AIII.3. Microcontaminantes orgánicos (ácidos grasos y esteroles)

Compuesto	Concentración ($\mu\text{g/L}$)
Σ Ácidos grasos (ácidos palmítico, palmitoleico, esteárico, linoleico, y poliinsaturados no identificados)	8.35
Esteroles:	
· Σ Coprostanol, colesterol, β -coprostanona, dihidrocolesterol, stigmastano y γ -sistosterol	51.41
· Índice coprostanol/colesterol	6.47

ND: no detectado

En general, se consideran componentes mayoritarios:

- Hidrocarburos
- Detergentes aniónicos: uso mayoritariamente doméstico
- Escualeno: Producto natural utilizado en cosmética
- Coprostanol, colesterol y otros esteroles: Indicadores de contaminación urbana fecal
- Ácidos grasos

Otros contaminantes detectados:

- Cafeína
- Dimetoato: insecticida
- p-Cresol: Indicadores de contaminación urbana fecal. Mal olor.
- Indol y 2,3-dihidro-4-metilindol: Indicadores de contaminación urbana fecal
- N, N-Dietil-3-metilbenzamida (DEET): Repelente de insectos
- 2-(Metiltio)-benzotiazole: Metabolito del biocida 2-(tiocianometiltio)-benzotiazol (TCMTB)
- Acetocloro: Herbicida

- Fosfatos de tris(1-cloro-2-propilo), tris(1,3-dicloro-2-propilo), tris(2-butoxietilo) y 2-etilhexilo difenilo: Plastificantes y retardantes de llama
- Cafeína: Indicador de contaminación urbana
- Galaxolide y tonalide: Aditivos de perfumes y fragancias
- Ácido palmítico: Indicador de contaminación urbana fecal
- Oxibenzona y 4-metoxicinamato de 2-etilhexilo (Parsol MCX): Aditivos de cremas solares
- Triclosán: Producto farmacéutico
- Butóxido de piperonilo: Plaguicida sinérgico
- Ftalato de bis(2-etilhexilo) (DEPH): Plastificante

ANEXO IV

Propiedades de las sustancias estudiadas

A continuación se detalla nombre, estructura, propiedades físicas y químicas, estabilidad e información tóxica (LD50, toxicidad relativa) de las sustancias estudiadas.

➤ CLORPIRIFOS

Nombre: O,O-dietil-O-3,5,6-tricloro-2-piridilfosforotioato

Fórmula: C₉H₁₁Cl₃NO₃PS

Masa molecular: 350,6

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Olor: hedor

Punto de fusión: 42 – 43,5 °C

Punto de ebullición: N/A

Densidad (20 °C): N/A

Presión de vapor (25 °C): 2,5 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 25 °C): 0,002

Solubilidad (g/l en 25 °C): en benceno 7900

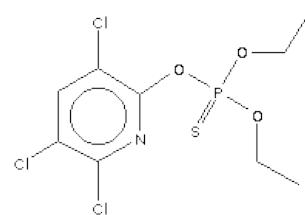
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 135 – 163 mg/kg

Actividad biológica: Insecticida

Naturaleza química: Organofosforado

Toxicidad: Muy tóxico



➤ CLORFENVINFOS

Nombre: 2-cloro-1-(2,4-diclorofenil)vinil dietil fosfato

Fórmula: C₁₂H₁₄Cl₃O₄P

Masa molecular: 359,57

Forma: líquida

Color: color de ambar

Olor: flaco

Punto de fusión: (-19) – (-23) °C

Punto de ebullición: 110 °C

Densidad (20 °C): 1,36 g/cm³

Presión de vapor (25 °C): N/A

Solubilidad en agua (g/L en 23 °C): 1,145

Solubilidad (g/L en 25 °C): N/A

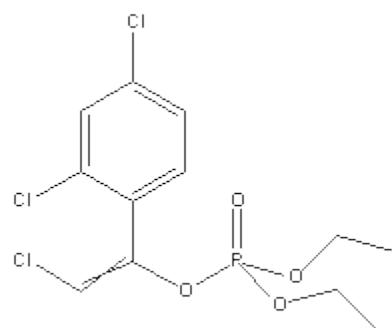
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 9,7 - 39 mg/kg

Actividad biológica: Insecticida

Naturaleza química: Organofosforado

Toxicidad: Extremadamente tóxico



➤ 3,4-DICLOROANILINA

Nombre: 3,4-dicloroanilina

Fórmula: $(C_6H_3)Cl_2(NH_2)$

Masa molecular: 162,0

Forma: sólido cristalino

Color: gris oscuro hasta negro

Punto de fusión: 72 – 74 °C

Punto de ebullición: 272 °C

Densidad (°C): N/A

Presión de vapor (°C): N/A

Solubilidad en agua (g/l en °C):

Solubilidad (g/l en °C):

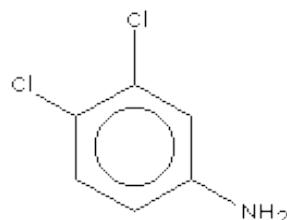
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: N/A

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Organoclorado

Toxicidad: Moderadamente tóxico



➤ DIMETOATO

Nombre: O,O-dimetil(S-metilcarbamilo)metilfosforoditioato

Fórmula: $CH_3NHCOCH_2SPS(OCH_3)_2$

Masa molecular: 229,0

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Olor: hedor

Punto de fusión: 49°C

Punto de ebullición: 117 °C

Densidad (20 °C): 1,281 g/cm³

Presión de vapor (25 °C): 1,1 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 21 °C): 25

Solubilidad (g/l en 25 °C): en metanol 800

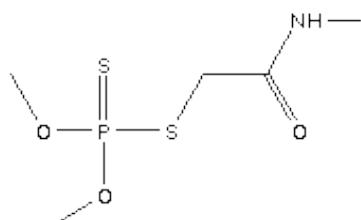
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 291 – 325 mg/kg

Actividad biológica: Insecticida

Naturaleza química: Organofosforado

Toxicidad: Muy tóxico



➤ ISOPROTURON

Nombre: 3-p-cumenil-1,1-dimetilurea

Fórmula: C₁₂H₁₈N₂O

Masa molecular: 206,2

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Punto de fusión: 155 – 156 °C

Punto de ebullición: N/A

Densidad (20 °C): 1,16 g/cm³

Presión de vapor (20 °C): 0,0033 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 20 °C): 0,055

Solubilidad (g/l en 20 °C): en metanol 56

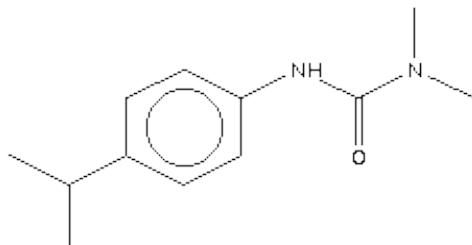
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 1826 – 3600 mg/kg

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Derivado de la urea

Toxicidad: Moderadamente tóxico



➤ METOLACLORO

Nombre: 2-Cloro-6'-etil-N-(2-metoxi-1-metiletil)acet-o-tiluidina

Fórmula: C₁₅H₂₂ClNO₂

Masa molecular: 283,79

Forma: líquida

Color: amarillo

Olor: inoloro

Punto de fusión: N/A °C

Punto de ebullición: 100°C

Densidad (20 °C): 1,12 g/cm₃

Presión de vapor (°C): 1,7 mPa

Solubilidad en agua (g/L en 25 °C): 0,488

Solubilidad (g/L en °C): en disolvente común

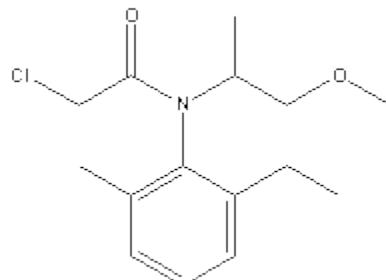
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 2780 mg/kg

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Organoclorado

Toxicidad: Moderadamente tóxico



➤ PROMETON

Nombre: N₂,N₄-di-isopropil-6-metoxi-1,3,5-triazina-2,4-diamina

Fórmula: C₁₀H₁₉N₅O

Masa molecular: 225,3

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Punto de fusión: 91 – 92 °C

Punto de ebullición: N/A

Densidad (20 °C): 1,088 g/cm³

Presión de vapor (20 °C): 0,306 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 20 °C): 0,62

Solubilidad (g/l en 20 °C): en acetona 300

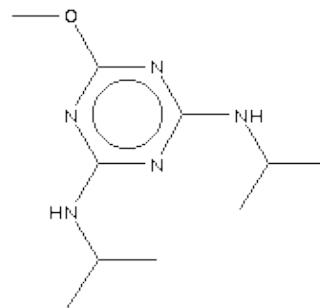
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 3000 mg/kg

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Compuesto heterocíclico

Toxicidad: Moderadamente tóxico



➤ PROMETRINA

Nombre: N2,N4-di-isopropil-6-metiltio-1,3,5-triazina-2,4-diamina

Fórmula: C₁₀H₁₉N₅S

Masa molecular: 241,3

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Punto de fusión: 118 – 120 °C

Punto de ebullición: N/A

Densidad (20 °C): 1,157 g/cm³

Presión de vapor (20 °C): 0,133 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 20 °C): 0,033

Solubilidad (g/l en 20 °C): en diclorometano 300

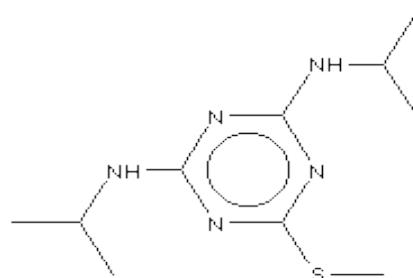
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 5233 mg/kg

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Compuesto heterocíclico

Toxicidad: Ligeramente tóxico



➤ SIMAZINA

Nombre: 2-cloro-4,6-bis(etilamina)-S-triazina

Fórmula: C₇H₁₂N₅Cl

Masa molecular: 201,7

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Olor: característico

Punto de fusión: 225 – 227 °C

Punto de ebullición: N/A

Densidad (°C):

Presión de vapor (20 °C): 8,1·10⁻⁴ mPa

Solubilidad en agua (g/l en 20 °C): 0,0005

Solubilidad (g/l en °C):

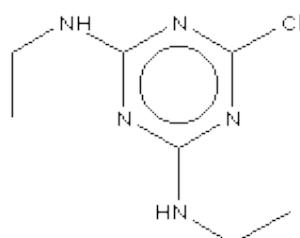
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: N/A

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Compuesto heterocíclico

Toxicidad: Moderadamente tóxico



➤ TERBUTILAZINA

Nombre: N2-tert-butil-6-cloro-N4-etil-1,3,5-triazina-2,4-diamina

Fórmula: C₉H₁₆N₅Cl

Masa molecular: 229,7

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Punto de fusión: 117 – 179 °C

Punto de ebullición: N/A

Densidad (20 °C): 1,188 g/cm³

Presión de vapor (20 °C): 0,15 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 20 °C): 0,0085

Solubilidad (g/l en 20 °C): en dimetilformo 100

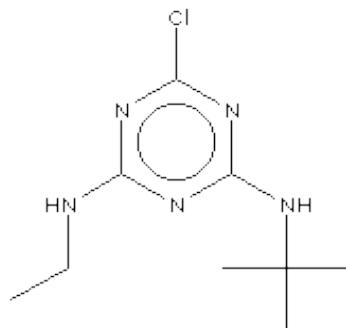
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 2160 mg/kg

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Compuesto heterocíclico

Toxicidad: Moderadamente tóxico



➤ TERBUTRINA

Nombre: N2-tert-butil-N4-etil-6-metiltio-1,3,5-triazina-2,4-diamina

Fórmula: C₁₀H₁₉N₅S

Masa molecular: 241,3

Forma: sólido cristalino

Color: incoloro

Punto de fusión: 104 – 105 °C

Punto de ebullición: 154 – 160 °C

Densidad (20 °C): 1,115 g/cm³

Presión de vapor (20 °C): 0,128 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 20 °C): 0,025

Solubilidad (g/l en 20 °C): en diclorometano 300

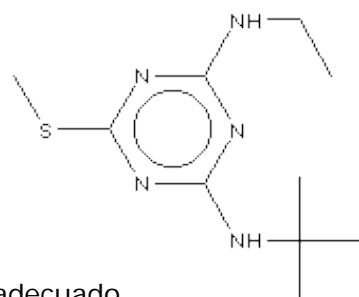
Estabilidad: no descomposición térmica con uso adecuado

LD50: 2000 mg/kg

Actividad biológica: Herbicida

Naturaleza química: Compuesto heterocíclico

Toxicidad: Moderadamente tóxico



➤ 4-tert-OCTILFENOL

Nombre: 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-fenol

Fórmula: C₁₄H₂₂O

Masa molecular: 206,3239

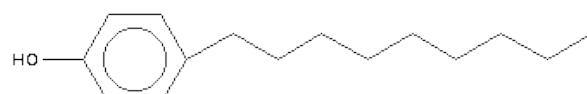
Forma: líquido viscoso

Color: incoloro

Olor: semejante al fenol

Punto de fusión: 79-82°C

Punto de ebullición: 280 – 283 °C



Densidad (°C): 0,94

Presión de vapor (20 °C): 1000 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 22 °C): 0,0019

Solubilidad (g/l en 20 °C): N/A

Estabilidad: estable. Incompatible con agentes oxidantes fuertes.

LD50: 3210 mg/kg

➤ CLOROFORMO

Nombre: Cloroformo

Fórmula: CHCl₃

Masa molecular: 119,3767

Forma: líquido viscoso

Color: incoloro

Olor: semejante al fenol

Punto de fusión: 40-45°C

Punto de ebullición: 293 – 297 °C

Densidad (°C): 0,94

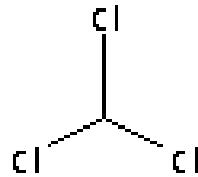
Presión de vapor (25 °C): 109,06 mPa

Solubilidad en agua (g/l en 20 °C): 0,00635

Solubilidad (g/l en 20 °C): N/A

Estabilidad: estable. Incompatible con agentes oxidantes fuertes.

LD50: 1300 mg/kg



ANEXO V

Resultados Preliminares

A continuación se presentan los resultados para los parámetros físico-químicos en la optimización de dosis de luz UV llevadas a cabo en primer lugar cuando las condiciones de la planta piloto no eran del todo estables y se preparaba la muestra sintética a partir de agua del grifo. Las unidades de dosis de radiación UV vienen dadas en $\text{mW}\cdot\text{s}\cdot\text{cm}^{-2}$ en todos los casos. Se escogieron estas dosis en función de la bibliografía, abarcando desde 1 a 60 segundos. En los primeros experimentos se incluyó también una dosis mucho más elevada que se corresponde con un tiempo de exposición de 8 minutos. Asimismo, se probaron distintos filtros. (Tablas AV.1 a AV.5)

Tabla AV.1. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y la muestra sin filtrar

Parámetros \ Dosis	0	66	132	660	1.980	3.960	31.680
pH	8,37	8,4	8,43	8,39	8,41	8,21	8,42
T ($^{\circ}\text{C}$)	25,5	25,5	25,4	24,9	24,8	24,8	25,2
Transmitancia (%)	96,02	96,37	95,21	99,34	97,76	87,79	95,39
Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	838	834	826	826	819	820	806
Turbidez (NTU)	151	121	181	118	126	109	135
S.S (mg/L)	11	10	18	10	10	6	7
O ₂ disuelto (mg/L)	6	5,4	4,4	4,9	5,1	4,4	4,5
COD (mg/L)	23,7	19,8	20,5	20,2	19,9	18,6	19,2
DQO (mg/L)	42	19	27	26	28	32	44
D.C (mg/L)	51,35	51,82	51,35	47,15	43,41	47,62	49,95
Aniones (mg/L)							
F ⁻	0,08	0,10	0,29	1,36	0,13	0,09	0,08
Cl ⁻	165,61	168,11	160,20	173,37	169,65	169,51	171,38
NO ₂ ⁻	2,72	1,45	1,43	1,31	1,36	1,30	2,18
ClO ₃ ⁻		9,18					
Br ⁻						1,86	1,51
NO ₃ ⁻	0,98	0,86				2,01	
PO ₄ ³⁻	14,92	13,63	13,65	19,22	13,94	16,65	14,89
SO ₄ ²⁻	139,96	137,93	129,34	140	138,80	149,28	139,40
C ₂ O ₄ ²⁻			0,78	0,34	0,82	1,26	

En este caso se puede observar que en casi todos los parámetros existen pequeñas fluctuaciones pero que no siguen ninguna tendencia. Es decir los valores se pueden considerar constantes ya que las variaciones se pueden deber a pequeños errores cometidos en la medida. En cuanto a la DQO existe mayor variabilidad (aunque también sin ninguna tendencia) debido a que es el parámetro cuya reproducibilidad es menos exacta. La dosis mayor no presenta ninguna mejora sustancial respecto al resto de las dosis, con lo cual a partir de ese momento se decidió continuar los ensayos únicamente con el resto. Respecto a los aniones, la elevada concentración de sulfatos y cloruros se debe a que el agua de partida proviene de la red municipal. El RD 1620/2007 establece límites en el ámbito de

regeneración para la turbidez y los sólidos en suspensión. El valor de la primera es tan elevado para todas las dosis que el agua no podría ser aplicada para ninguno de los usos permitidos por dicha ley.

Tabla AV.2. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro 12-25 μm .

Dosis Parámetros	0	66	132	660	1.980	3.960
pH	8,46	8,48	8,49	8,51	8,52	8,52
T ($^{\circ}\text{C}$)	23,6	24,7	24,3	24,1	23,9	23,8
Transmitancia (%)	98,34	97,42	98,32	99,01	99,14	98,25
Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	743	755	753	756	753	753
Turbidez (NTU)	40,14	19,04	17,98	28,67	28,76	22,08
S.S (mg/L)	4	1,5	2	1	1,5	1
O ₂ disuelto (mg/L)	5,7	8	7,6	7,2	8	8
COD (mg/L)	23,1	21,6	21,3	26,9	25,9	26,9
DQO (mg/L)	29	23	28	31	20	55
D.C (mg/L)	59,52	55,09	60,22	57,89	57,89	55,55
Aniones (mg/L)						
F ⁻	0,06	0,11	0,41	0,05	0,02	—
Cl ⁻	153,91	153,11	152,56	155,59	166,77	158,06
NO ₂ ⁻	8,94	10,02	9,27	9,39	9,51	9,68
ClO ₃ ⁻		2,55	0,54		0,71	
Br ⁻			0,47			
NO ₃ ⁻	2,50	0,99	1,30	0,87	0,79	1,68
PO ₄ ³⁻	14,70	14,53	13,49	15,88	13,14	17,54
SO ₄ ²⁻	125,98	127,31	126,18	134,78	128,52	138,01
C ₂ O ₄ ²⁻			0,51			

Cuando se utiliza un filtro con un tamaño de poro entre 12 y 25 μm , se puede ver que tampoco se producen modificaciones claras de ningún parámetro para ninguna dosis. Si se compara con la muestra sin filtrar se comprueba que existen diferencias en sólidos en suspensión y turbidez pero es debido al filtro. Conforme el tamaño de poro va disminuyendo estos valores también lo harán. La muestra tampoco es útil para regeneración ya que la turbidez continúa sobrepasando los límites fijados por legislación en todas las dosis.

Tabla AV.3. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro <2 µm.

Parámetros \ Dosis	0	66	132	660	1.980	3.960
pH	8,38	8,41	8,42	8,43	8,43	8,43
T (°C)	27,8	27,8	27,8	27,7	27,7	27,5
Transmitancia (%)	99,23	96,86	99,28	99,05	97,98	98,14
Conductividad (µS/cm)	767	765	765	763	760	762
Turbidez (NTU)	0	0	0	0	0	0
S.S (mg/L)	0	0	0	0	0	0
O ₂ disuelto (mg/L)	7	6,8	7,2	7,4	5,8	6,3
COD (mg/L)	21,3	16,6	17,8	21	19,8	19,7
DQO (mg/L)	49	35	35	36	18	20
D.C (mg/L)	40,61	39,68	42,95	42,01	43,41	41,55
Aniones (mg/L)						
F ⁻	0,08	0,08	0,06	0,06	0,06	0,06
Cl ⁻	144,29	175,42	142,42	142,13	144,00	145,30
NO ₂ ⁻	18,11	15,89	18,45	18,79	18,64	25,56
ClO ₃ ⁻	0,77	5,31				
Br ⁻					0,91	
NO ₃ ⁻		1,05	0,96			
PO ₄ ³⁻	6,07	7,36	5,86	6,69	6,94	6,91
SO ₄ ²⁻	142,66	160,81	126,42	134,15	128,22	133,27
C ₂ O ₄ ²⁻	0,96					

Para el filtro < 2 µm ocurre lo mismo que en los casos anteriores, no existe variación de ninguno de los parámetros estudiados. Destacar que los sólidos en suspensión se eliminan totalmente y la turbidez también es 0. Considerando únicamente estos dos parámetros y sin tener en cuenta el otro factor que contempla el RD 1620/2007 (E. Coli, cuya eliminación se analizará posteriormente) el agua se podría emplear para cualquier uso (Urbano, Agrícola, Industrial, Recreativo y Ambiental)

Tabla AV.4. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro <0,45 µm.

Parámetros \ Dosis	0	66	132	660	1.980	3.960
pH	8,07	8,09	8,09	8,09	8,1	8,1
T (°C)	28,1	28,2	28,2	28,1	28,1	28,1
Transmitancia (%)	87,16	92,74	87,25	95,85	90,38	92,79
Conductividad (µS/cm)	853	859	857	858	857	856
Turbidez (NTU)	0	0	0	0	0	0

Tabla AV.4. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro <0,45 µm.
(Continuación)

Dosis Parámetros	0	66	132	660	1.980	3.960
S.S (mg/L)	0	0	0	0	0	0
S.S (mg/L)	0	0	0	0	0	0
O ₂ disuelto (mg/L)	8,2	7,1	7,4	7,4	7,1	7,5
COD (mg/L)	17,5	17,3	17,7	17,3	18	17,4
DQO (mg/L)	3	23	18	5	17	16
D.C (mg/L)	39,21	40,61	39,21	45,28	40,15	42,48
Aniones (mg/L)						
F ⁻	0,09	0,09	0,02	0,08	0,09	0,09
Cl ⁻	137,31	149,00	151,84	147,19	148,01	147,19
NO ₂ ⁻	13,49	12,75	12,15	11,91	13,20	12,15
ClO ₃ ⁻	1,79	1,69	1,72		0,53	1,23
Br ⁻						
NO ₃ ⁻			0,77		0,50	
PO ₄ ³⁻	16,77	19,63	19,32	17,50	17,38	17,86
SO ₄ ²⁻	136,78	136,96	148,26	133,20	145,11	164,01
C ₂ O ₄ ²⁻			0,70	0,88	0,88	

Para este filtro ocurre lo mismo que para el tamaño anterior, ningún parámetro tiene ninguna disminución clara, y atendiendo a la ley se podría utilizar para regeneración.

En las figuras AV.1 y AV.2 se muestra la evolución del COD y la DQO para los distintos filtros y las distintas dosis.

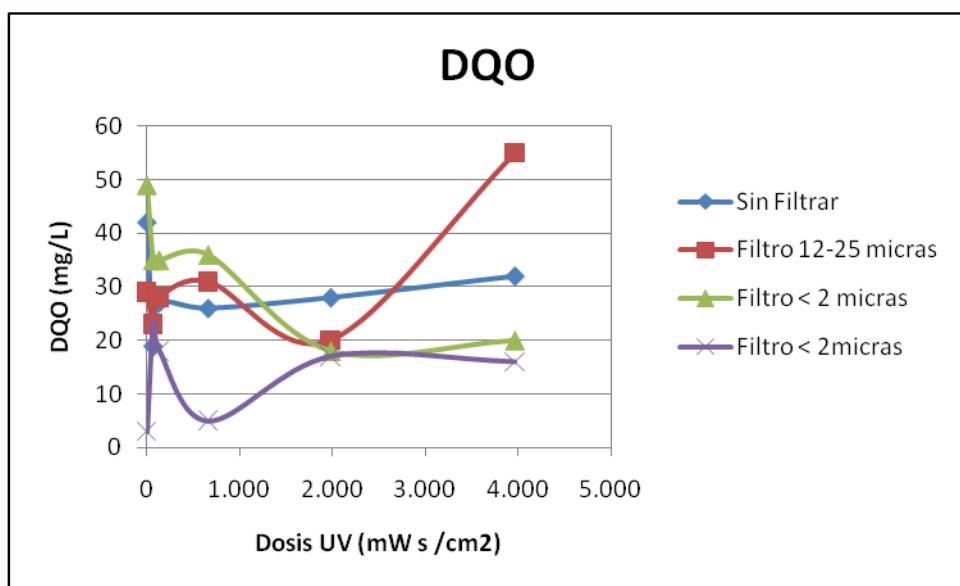


Figura AV.1. Evolución de DQO para los filtros y dosis de radiación UV estudiados (experimentos preliminares)

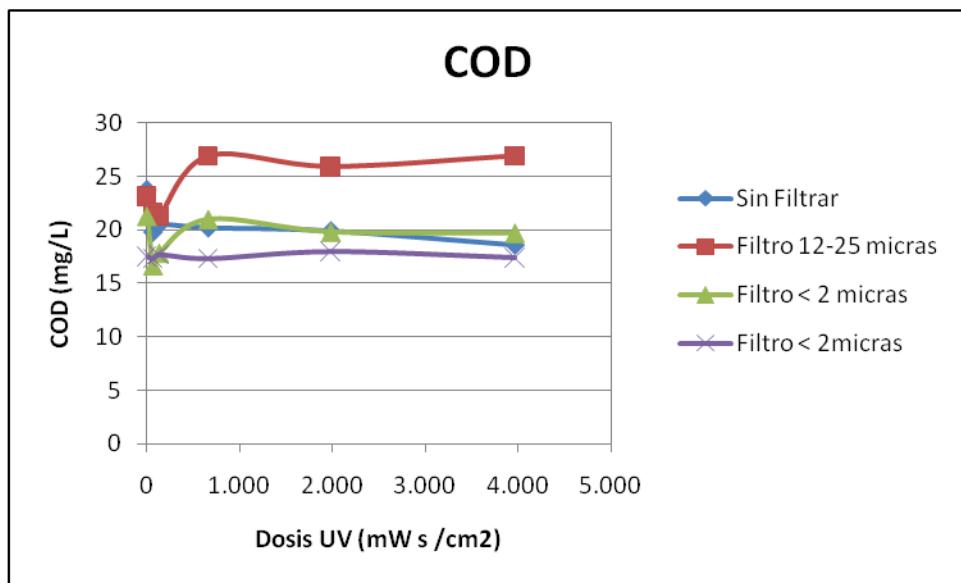


Figura AV.2. Evolución de COD para los filtros y dosis de radiación estudiados (experimentos preliminares)

Las tablas AV.5-AV.7 muestran los resultados para distintos pH. Se prueban las mismas dosis pero se filtra la muestra por el filtro de menor tamaño de poro, para que las condiciones sean óptimas. En estas tablas no aparecen datos de aniones debido a problemas con el equipo.

Tabla 5. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV, filtro <0,45 µm y pH=5.

Parámetros \ Dosis	0	66	132	660	1.980	3.960
pH	5,28	5,35	5,25	5,17	5,13	5,27
T (°C)	24,2	24,1	24,5	24,1	24,1	24,2
Transmitancia (%)	99,30	97,18	100,20	96,06	101,94	105,20
Conductividad (µS/cm)	792	802	800	794	792	793
Turbidez (NTU)	0	0	0	0	0	0
S.S (mg/L)	0	0	0	0	0	0
O ₂ disuelto (mg/L)	6,9	7,4	7,5	6,7	7,6	7,1
COD (mg/L)	102,6	106,7	106,6	111,5	112,6	113
DQO (mg/L)	150	181	188	197	177	158
D.C (mg/L)	40,74	35,94	34,99	41,22	39,30	44,09

La tabla muestra que los parámetros no sufren variación para las distintas dosis y que la materia orgánica es muy elevada comparándola con los casos analizados anteriormente, incluso para tiempo 0. Lo mismo se puede ver en la tabla AV.6 para pH 7 y en la tabla AV.7

Tabla AV.6. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV, filtro <0,45 µm y pH=7

Parámetros \ Dosis	0	66	132	660	1.980	3.960
pH	7,12	7,09	6,82	6,97	7,09	6,98
T (°C)	16,4	16,7	16	15,9	16,8	16,1
Transmitancia (%)	97,23	92,51	99,18	97,65	95,51	85,45
Conductividad (µS/cm)	683	697	685	684	701	688
Turbidez (NTU)	0	0	0	0	0	0
S.S (mg/L)	1	1	1	0	0	0
O ₂ disuelto (mg/L)	5,3	4	6,9	7,7	6,5	6,5
COD (mg/L)	33,9	48,2	53,5	47,7	43,8	40
DQO (mg/L)	108	109	127	127	51	84
D.C (mg/L)	33,07	36,42	32,59	34,51	34,99	34,51

Tabla AV.7. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV, filtro <0,45 µm y pH=9

Parámetros \ Dosis	0	66	132	660	1.980	3.960
pH	9,28	9,26	9,27	9,28	9,34	9,28
T (°C)	24	24,3	24,1	24,1	24,1	24
Transmitancia (%)	93,20	62,59	72,63	66,67	51,45	80,32
Conductividad (µS/cm)	758	762	758	757	756	757
Turbidez (NTU)	6,83	5,21	4,89	5,99	6,01	6,32
S.S (mg/L)	1	1	1	2	2	1
O ₂ disuelto (mg/L)	6,8	7,8	7,6	7	6,5	7,5
COD (mg/L)	17,8	15,2	15,3	16,4	15,4	16,8
DQO (mg/L)	21	19	18	22	20	13
D.C (mg/L)	23,00	47,93	56,55	57,03	56,55	57,51

Para pH 9 sigue sin mostrarse ningún tipo de evolución en función de la dosis.

ANEXO VI

Resultados de los parámetros físico-químicos para los ensayos de optimización de tratamiento UV

En estos resultados no se incluye el valor de transmitancia ya que el equipo que la mide (espectrofotómetro helios Alpha) estaba estropeado. Las unidades de dosis de radiación UV vienen dadas en $\text{mW}\cdot\text{s}\cdot\text{cm}^{-2}$ en todos los casos.

Tabla AVI.1. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y la muestra sin filtrar

Parámetros	Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
pH		6,95	7,34	7,08	7,29	7,16	7,46
T ($^{\circ}\text{C}$)		18,6	18,9	18,3	18,6	18,7	18,3
Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)		251	248	250	248	252	245
Turbidez (NTU)		11,31	11,79	6,93	6,15	5,12	8,98
S.S (mg/L)		4,5	3,5	4	4	4,5	3,5
O ₂ disuelto (mg/L)		9,5	5,6	9	9,6	9,1	8,2
COD (mg/L)		20,8	20,2	19,3	18,1	18,6	17,3
DQO (mg/L)		39	28	24	34	30	27
D.C (mg/L)		21,65	25,33	23,29	17,57	22,88	21,24
Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)		65	100	65	100	75	95
Aniones (mg/L)							
F ⁻		2,9	2,9	2,9	2,9	0,06	0,06
Cl ⁻		17,4	17,3	17,4	17,1	17	17
NO ₃ ⁻		52,7	54	49,3	49,8	51,2	55,9
PO ₄ ³⁻		24,7	24,9	24,8	24,9	10,3	10,4
SO ₄ ²⁻		20,5	12,3	17,3	13,3	18,9	11,6

Tabla AVI.2. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro 12-25 μm .

Parámetros	Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
pH		7,3	7,35	7,37	7,39	7,42	7,38
T ($^{\circ}\text{C}$)		17,5	18	17,7	17,8	17,9	17,7
Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)		256	257	255	256	256	255
Turbidez (NTU)		4,34	2,25	1,63	1,74	2,04	2,71
S.S (mg/L)		1	1	1	1	1	1
O ₂ disuelto (mg/L)		>10	>10	>10	>10	>10	>10
COD (mg/L)		17,4	18,1	18,2	17,9	13,1	16,9
DQO (mg/L)		32	23	27	11	13	9
D.C (mg/L)		31,03	33,48	35,11	32,66	31,84	32,25
Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)		40	90	60	65	55	105
Aniones (mg/L)							
F ⁻		0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
Cl ⁻		18,8	18,6	18,6	18,7	18,6	18,8

Tabla AVI.2. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro 12-25 µm.
(Continuación)

Parámetros \ Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
NO ₃ ⁻	56,3	55,8	56	57,9	63	55,9
PO ₄ ³⁻	10,6	10,5	10,5	10,5	10,5	10,6
SO ₄ ²⁻	12,1	19,4	13	11,3	14,4	12,6

Tabla AVI.3. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro <2 µm.

Parámetros \ Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
pH	6,89	6,38	7,12	7,44	6,94	7,44
T (°C)	23	23	23	22,9	22,9	23
Conductividad (µS/cm)	244	249	244	242	246	243
Turbidez (NTU)	5,03	4,37	2,76	0,00	0,23	0,36
S.S (mg/L)	2	2	3	2	1	1
O ₂ disuelto (mg/L)	8,5	8,5	7,7	8,6	9	7,8
COD (mg/L)	28,2	25,3	27,2	28,7	26,7	24,1
DQO (mg/L)	34	23	79	13	30	28
D.C (mg/L)	33,07	32,66	31,84	34,29	33,48	34,29
Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)	50	45	75	75	40	75
Aniones (mg/L)						
F ⁻	0,07	0,07	0,07	0,01	0,07	0,07
Cl ⁻	16,1	16	15,9	15,9	16	15,9
NO ₃ ⁻	47	47,5	47,8	47,1	47,5	47,5
PO ₄ ³⁻	9,6	9,6	9,6	8,73	9,6	9,6
SO ₄ ²⁻	16,5	29,3	14,2	10,7	17,9	10,6

Tabla AVI.4. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro 0,45 µm.

Parámetros \ Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
pH	6,28	6,84	7,44	7,41	7,48	7,46
T (°C)	18,4	18,9	18,6	19,1	18,8	18,9
Conductividad (µS/cm)	254	248	244	249	244	244
Turbidez (NTU)	0,51	0,13	0,08	0,05	0,00	0,00
S.S (mg/L)	1	0,5	0	0	0	0
O ₂ disuelto (mg/L)	10	>10	>10	>10	>10	9,3
COD (mg/L)	17,4	16,4	16,6	15,9	16	15,4
DQO (mg/L)	37	22	21	23	22	33
D.C (mg/L)	30,62	31,84	31,84	33,48	32,66	32,25

Tabla AVI.4. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV y filtro 0,45 µm
(Continuación)

Parámetros \ Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)	25	50	35	20	65	30
Aniones (mg/L)						
F ⁻	0,07	0,08	0,08	0,07	0,08	0,08
Cl ⁻	17,5	17,9	17,4	18,1	17,3	17,4
NO ₃ ⁻	52,5	54,2	59	52,1	52,1	52,1
PO ₄ ³⁻	9,46	9,53	9,6	9,68	9,64	9,59
SO ₄ ²⁻	36,9	20	11,3	12,7	10,5	10,8

Tabla AVI.5. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV, filtro <0,45 µm y pH=5

Parámetros \ Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
pH	5,03	5,1	5,14	5,09	5,1	5,14
T (°C)	15,9	17	16,8	16,4	16,8	16,7
Conductividad (µS/cm)	271	276	274	272	273	273
Turbidez (NTU)	0	0	0	0	0	0
S.S (mg/L)	0	0	0	0	0	0
O ₂ disuelto (mg/L)	>10	9,6	>10	>10	>10	>10
COD (mg/L)	15,9	15,6	22,5	15,7	15,4	15,4
DQO (mg/L)	16	18	17	15	0	21
D.C (mg/L)	27,99	26,35	26,35	25,54	25,54	25,54
Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)	60	25	50	25	45	50
Aniones (mg/L)						
F ⁻	0,1	0,1	0,12	0,11	0,13	0,1
Cl ⁻	59	60,2	60	59,8	60,3	60,2
NO ₃ ⁻	51,9	53	57,2	58,2	58,8	58,9
PO ₄ ³⁻	11,52	10,42	10,5	10,67	10,84	11,23
SO ₄ ²⁻	16	22,9	14,2	13,2	17,7	18,1

Tabla AVI.6. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV, filtro <0,45 µm y pH=9

Parámetros \ Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
pH	9,03	9,07	9,05	9,1	9,06	9,07
T (°C)	20,8	21	21,1	21,1	21,2	21,2
Conductividad (µS/cm)	268	270	270	268	269	269
Turbidez (NTU)	7,46	4,96	6,88	5,97	7,07	5,30
S.S (mg/L)	1	1	2	2	1	1

Tabla AVI.6. Resultados para los parámetros físico-químicos con distintas dosis UV, filtro <0,45 µm y pH=9 (Continuación)

Parámetros \ Dosis	0	132	330	660	1.980	3.960
O ₂ disuelto (mg/L)	7,3	7,8	7,9	8	7,5	7,5
COD (mg/L)	15	14,6	14,6	14,6	15,4	16,8
DQO (mg/L)	16	22	13	57	17	11
D.C (mg/L)	14,91	16,83	25,46	25,94	25,46	26,41
Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)	65	50	55	40	50	60
Aniones (mg/L)						
F ⁻	0,083	0,082	0,082	0,082	0,082	0,082
Cl ⁻	133	131	131	131	131	131
NO ₃ ⁻	13,9	13,6	13,6	13,5	13,6	13,6
PO ₄ ³⁻	6	5,3	6,4	4,7	4,8	5
SO ₄ ²⁻	120	118	118	118	118	118

ANEXO VII

Resultados de los parámetros físico-químicos para las nuevas dosis optimizadas con E. Coli

En la tabla AVII.1 se presentan los parámetros físico-químicos analizados tras obtener nuevas dosis de ensayo debido a la fortificación de la muestra con E. Coli. A partir de aquí no se incluyen los aniones debido a problemas con el equipo. Las unidades de dosis de radiación UV vienen dadas en $\text{mW}\cdot\text{s}\cdot\text{cm}^{-2}$.

Tabla AVII.1. Parámetros físico químicos para distintas dosis de luz UV y filtro de 0,45 micras.

Parámetros	Dosis	0	11.880	19.800	31.680	39.600
pH		7,6	7,55	7,58	7,59	7,76
T ($^{\circ}\text{C}$)		20,6	19,8	18,5	18,4	20,3
Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)		206	208	208	208	208
Turbidez (NTU)		0	0	0	0	0
S.S (mg/L)		0	0	0	0	0
O ₂ disuelto (mg/L)		8	8	7,6	8,6	8,6
COD (mg/L)		17,3	16,3	16,2	17,1	16,3
DQO (mg/L)		48	52	44	49	53
D.C (mg/L)		36,81	37,80	36,81	35,07	36,81

ANEXO VIII

Resultados de los parámetros físico-químicos para ensayos de optimización del tratamiento UV/H₂O₂

En la tabla AVIII.1 se presentan los resultados obtenidos para distintas concentraciones iniciales de peróxido de hidrógeno y distintas dosis de luz UV. Las unidades de dosis de radiación UV vienen dadas en mW·s·cm⁻², la concentración de peróxido en concentración molar.

Tabla AVIII.1. Parámetros físico químicos para distintas dosis de luz UV y distintas concentraciones de H₂O₂.

Parámetros \ Dosis	0	19.800 0,01M	39.600 0,01 M	19.800 0,02 M	39.600 0,02 M
pH	7,61	7,82	7,76	7,89	7,69
T (°C)	16,1	16,7	18,2	17,7	8,1
Conductividad (μS/cm)	490	488	490	491	491
Turbidez (NTU)	6,52	6,62	6,2	5,67	6,17
S.S (mg/L)	3	3	2	2	3
O ₂ disuelto (mg/L)	>10	>10	>10	>10	>10
COD (mg/L)	22,6	22	21,7	21,8	21,6
DQO (mg/L)	89	110	130	201	222
Alcalinidad (mg CaCO ₃ /L)	175	225	250	290	255

Se puede comprobar que no existe variación en ninguno de los parámetros. El valor de la DQO es elevado ya que la presencia de peróxido supone una interferencia en el método de análisis.

ANEXO IX

Resultados de los parámetros físico-químicos para ensayos con la muestra fortificada

A continuación se presentan los resultados para los parámetros físico-químicos realizados durante los experimentos de fortificación. Se considera el experimento 1 en el que sólo se utiliza radiación UV y el experimento 2 es la combinación UV/H₂O₂.

Tabla AIX.1. Parámetros físico químicos para los experimentos con la muestra fortificada.

Parámetros	Experimento	Inicial	1	2
	pH	6,3	6,53	6,72
T (°C)	22,6	22,8	23,3	
Conductividad (µS/cm)	267	274	271	
Turbidez (NTU)	57	15,44	13,21	
S.S (mg/L)	11	4	3	
O ₂ disuelto (mg/L)	7,3	7,8	7,9	
COD (mg/L)	65,7	59,5	43,3	
DQO (mg/L)	295	230	166	

Las variaciones en sólidos en suspensión y turbidez se deben al empleo del filtro de arena. En este caso se puede comprobar que existe disminución de la materia orgánica incluso únicamente con la radiación UV. Esto se debe a que tanto plaguicidas como nonilfenoles están disueltos en metanol, lo que incorpora a la muestra algo de carga orgánica, que se elimina al degradar dicho compuesto. La degradación del tratamiento combinado es mejor como era de esperar.

RESULTADOS DE SUSTANCIAS PELIGROSAS

En la tabla AIX.2 se muestran los factores de concentración, necesarios para poder determinar la concentración real de las muestras de plaguicidas. El exp. 1 se corresponde con el tratamiento de luz UV y el 2 con la combinación UV/H₂O₂. Como se comenta en el anexo II, las ecuaciones empleadas son las siguientes.

$$V_M = \frac{Peso(g) Botella_{llena} - Peso(g) Botella_{vacía}}{1}$$

$$V_E = \frac{Peso(g) Vial_{lleno} - Peso(g) Vial_{vacío}}{0,692}$$

$$F.C. = \frac{V_M}{V_E}$$

$$C_M = \frac{C_E}{F.C.}$$

Tabla AIX.2. Factores de concentración para los plaguicidas en los distintos experimentos

Muestra	Botella llena (g)	Botella vacía (g)	Volumen Muestra (mL)	Vial lleno (g)	Vial vacío (g)	Volumen Extracto (mL)	F.C.
Inicial	980	483	498	4,26	2,89	1,98	251,73
Exp. 1	978	499	479	4,14	2,86	1,85	259,06
Exp. 2	978	504	474	4,14	2,86	1,85	256,41

En la tabla AIX.3, se muestran las concentraciones del extracto y una vez aplicado el factor de concentración para las sustancias estudiadas. El E.1 se corresponde con el tratamiento de luz UV y el 2 con la combinación UV/H₂O₂. Los subíndices determinan la concentración real de la muestra

Tabla AIX.3. Factores de concentración para los plaguicidas en los distintos experimentos

Plaguicida	[Inicial] (μg/L)	[Inicial] _{c.} (μg/L)	[E.1] (μg/L)	[E.1] _{c.} (μg/L)	[E.2] (μg/L)	[E.2] _{c.} (μg/L)
Isoproturon	65	0,258	53	0,205	< 15	0
3,4-Dicloroanilina	105	0,417	28	0,108	< 15	0
Dimetoato						
Simazina	190	0,755	114	0,440	< 15	0
Prometon	247	0,981	197	0,760	< 15	0
Terbutilazina	178	0,707	110	0,425	42	0,164
Terbutrina	264	1,049	140	0,540	44	0,172
Metolacloro	183	0,727	101	0,390	< 15	0
Clorpirifos	238	0,945	< 15	0	< 15	0
Clorfenvinfos	112	0,445	< 15	0	< 15	0

En la tabla AIX.4 se muestran las concentraciones para cloroformo, 4-tert-octilfenol y otros compuestos orgánicos volátiles detectados.

Tabla AIX.4. Concentraciones para las muestras fortificadas.

Sustancia	[Inicial] (μg/L)	[E.1] (μg/L)	[E.2] (μg/L)
Cloroformo	23	3,4	3,7
4-tert-octilfenol	0,7	0,6	< 10
Diclorobenceno	37	< 5	< 5
Diclorometano	120	84,8	107

