

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

1.- INTRODUCCIÓN

La demanda química de oxígeno, (DQO), del agua puede considerarse como una medida aproximada de la demanda teórica de oxígeno es decir la cantidad de oxígeno consumido para la oxidación total de los constituyentes orgánicos a productos inorgánicos.

2.- PRINCIPIO

La muestra se lleva a ebullición, a reflujo, en presencia de sulfato de mercurio (II), de una cantidad conocida de dicromato potásico y de un catalizador de plata, en medio fuertemente ácido, durante un tiempo determinado durante el cual una parte del dicromato es reducida por las materias oxidables presentes. El exceso de dicromato se valora con una disolución de sulfato de hierro (II) y amonio. Se calcula la DQO a partir del dicromato reducido.

3.- MATERIAL

- Bureta de precisión de 10 ml de capacidad graduada en divisiones de 0,02 ml
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml con boca esmerilada 29/42.
- Refrigerantes Liebig con conexiones esmeriladas 29/42.
- Pipetas.
- Matraces aforados.

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

- Vasos de precipitados, embudos, y otro material general de laboratorio.

El material de vidrio a utilizar deberá estar completamente limpio, debiendo enjuagarse previamente a su utilización con agua desmineralizada, con la propia muestra o con el reactivo a utilizar según sea el caso.

El material volumétrico a utilizar deberá ser siempre de clase A.

4.- APARATOS

- Placas de calentamiento que permita llevar la muestra a ebullición en menos de 10 min.

5.- REACTIVOS

- Agua desmineralizada, de calidad ISO tipo 1 (Milli Q o equivalente).
- Sulfato de mercurio (II).
- Dicromato potásico.
- Sulfato de hierro (II) y amonio
- Acido sulfúrico 98%

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

- Sulfato de hierro (II)

- 1-10 Fenantrolina monohidratada

- Sulfato de plata.

- Ftalato ácido de potasio

Todos los reactivos a utilizar deberán ser de calidad P.A.. Todos los reactivos de calidad P.A. a utilizar, deberán ser chequeados mediante la realización de un análisis en blanco para comprobar que no contienen compuestos que puedan dar lugar a interferencias.

6.- PROCEDIMIENTO

6.1.- Preparación de disoluciones

6.1.1- Preparación de la disolución patrón de dicromato potásico 0,040 mol/l

Se disuelven 2,942 g de dicromato potásico (previamente desecado a 105° C durante 2 h) en agua, se añaden con precaución 25 ml de ácido sulfúrico y se enrasa a 250 ml.

Esta disolución es estable durante un mes.

6.1.2- Preparación de disolución patrón de sulfato de hierro (II) y amonio 0,12 mol/l

Se disuelven 11,75 g de sulfato de hierro (II) y amonio en agua. Se añaden 5 ml de ácido

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

sulfúrico, se deja enfriar y se enrasa a 250 ml.

Esta disolución debe ser valorada cada día de la siguiente forma:

Se diluyen 10 ml de solución patrón de dicromato potásico con aproximadamente 100 ml de ácido sulfúrico 1/3 (V/V) y se titula con esta disolución la solución de sulfato de hierro (II) y amonio, en presencia de 2-3 gotas de ferroina como indicador.

La concentración, c , expresada en moles/l de la solución de sulfato de hierro (II) y amonio se obtiene mediante la fórmula:

$$c = \frac{10,0 \times 0,040 \times 6}{V} = \frac{2,4}{V}$$

donde V es el volumen, en mililitros, de la solución de solución de sulfato de hierro (II) y amonio consumidos

6.1.3.- Preparación de la disolución de sulfato de plata en ácido sulfúrico

Se disuelven 4 g de sulfato de plata en 10 ml de agua, se añaden 240 ml de ácido sulfúrico.

6.1.4.- Preparación del indicador de ferroina

Se disuelven 0,174 g de sulfato de hierro (II) heptahidratado en agua, se añaden 0,296 g de 1-10 fenantrolina monohidratada, se agita hasta disolución y se enrasa a 25 ml.

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

6.1.5.- Preparación de disolución patrón de ftalato ácido de potasio 2,0824 mmol/l

Se disuelven 0,042 g de ftalato ácido de potasio (previamente desecado a 105° C) en agua y se enrasa la disolución a 100 ml.

Esta disolución permanece estable durante una semana conservada a 4ª C

6.2.- Ensayo en blanco

Se realiza un ensayo en blanco al mismo tiempo que la determinación, siguiendo el mismo procedimiento que en las muestras, pero reemplazando éstas por 10 ml de agua destilada.

6.3.- Ensayo testigo

Se comprueba la técnica y la pureza de los reactivos utilizados para el análisis siguiendo el mismo proceso que en las muestras, pero utilizando en lugar de éstas 10 ml de la solución patrón de ftalato ácido de potasio.

La demanda teórica de oxígeno de esta solución es de 500 mg/l. El procedimiento experimental es satisfactorio si se obtiene como mínimo el 96% de este valor.

6.4.- Determinación

Se ponen 10 ml de la muestra a analizar en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, se añaden

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

0,4 g de sulfato de mercurio (II) y se agita cuidadosamente. Se añaden 5 ml de solución patrón de dicromato potásico y se homogeneiza. Se añaden 15 ml de sulfato de plata - ácido sulfúrico, agitando con cuidado y enfriando con agua o en un baño de hielo para evitar la pérdida de sustancias orgánicas volátiles. Una agitación inadecuada puede producir un calentamiento localizado en la base del recipiente y provocar la expulsión de la mezcla.

Se une el matraz al refrigerante y se hierve a reflujo durante 2 horas. Se deja enfriar y se lava la pared interna del refrigerante dentro del recipiente con un volumen pequeño de agua destilada.

Se separa el matraz del refrigerante, se diluye la mezcla con 75 ml de agua destilada y se enfría a temperatura ambiente.

Se valora el exceso de dicromato con la solución patrón de sulfato de hierro (II) y amonio en presencia de 1 ó 2 gotas de ferroina.

Se señala como punto de virado el cambio brusco de color del verde azulado al rojo violeta, aunque pueda reaparecer el color verde al cabo de unos minutos.

7.- CÁLCULOS

La demanda química de oxígeno, DQO, expresada en miligramos de oxígeno por litro, se calcula por medio de la siguiente expresión:

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

$$DQO = \frac{8000c (V_1 - V_2)}{V_0}$$

donde: c es la concentración expresada en moles por litro de la solución de sulfato de hierro (II) y amonio calculada según el procedimiento descrito en 6.1.2., V_0 es el volumen en mililitros de la muestra utilizada, V_1 es el volumen en mililitros de la solución de sulfato de hierro (II) y amonio utilizada para el ensayo en blanco y V_2 es el volumen en mililitros de la solución de sulfato de hierro (II) y amonio utilizada para la determinación

Los valores inferiores a 30 mg/l deben expresarse como <30 mg/l

8.- OBSERVACIONES

Este método es aplicable para la determinación de la DQO, en la mayor parte de las aguas, en las que este valor es superior a 30 mg/l. El valor máximo que puede determinarse en una muestra sin diluir es de 700 mg/l. El método no es aplicable en aguas que, tras su dilución, contengan más de 2000 mg/l de iones cloruro (agua de mar o aguas salobres).

El método es sensible a algunas interferencias, principalmente a los cloruros. La presencia de agentes reductores inorgánicos tales como nitritos, sulfuros y hierro (II) contribuyen a aumentar los valores obtenidos para la DQO. Es una práctica aceptable incluir la demanda de oxígeno de estos agentes como parte del valor de la DQO global de la muestra.

La interferencia de los cloruros se reduce, aunque no se elimina totalmente, mediante la

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

adición de sulfato de mercurio (II) a la muestra, antes de la ebullición a reflujo, que da lugar a la formación de cloromercuriato soluble. Cuando el contenido en cloruros sobrepasa 1000 mg/l, el valor mínimo de DQO aceptable es de 250 mg/l.

Los hidrocarburos aromáticos y la piridina no se oxidan completamente. Algunas sustancias orgánicas muy volátiles pueden escapar de la oxidación por evaporación. Los compuestos alifáticos de cadena no ramificada se oxidan fácilmente en presencia de ácido sulfúrico-sulfato de plata

9.- EXCEPCIONES

No procede.

10.- CLAUSULA DE ESCAPE

De existir algún problema acudir al técnico responsable.

11.- REVISIONES

Una vez al año salvo introducción de modificaciones.

TÍTULO: Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) por el método del dicromato

12.- RESPONSABILIDADES

El operario es responsable del seguimiento de este PNT.

13.- DOCUMENTACIÓN

Norma UNE 77/004/89. Calidad del agua. Determinación de la demanda química de oxígeno. Método del dicromato.