

 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN <b>DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXIGENO</b> <b>Método espectrofotométrico, reflujo cerrado</b>	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
---	--	-------------------------------------

CÓDIGO ENSAYO	QAI-ACE1-0010
PROGRAMA	
NORMA DE COMPETENCIA	
RESULTADO DE APRENDIZAJE	

### 1. *Discusión general*

La demanda química de oxígeno (DQO) es la medida de oxígeno equivalente a la materia orgánica que es susceptible a ser oxidada por un oxidante químico fuerte, en condiciones específicas de temperatura y tiempo. La muestra se oxida con una cantidad conocida de dicromato de potasio en exceso, en medio ácido y con catalizadores. El dicromato de potasio remanente es determinado espectrofotométricamente a 600 nm.

### 2. *Materiales*

- Tubos de digestión: tubos de borosilicato con tapa de rosca resistente al calor y contratapa de teflón, de 50 mL de capacidad y 25 mm de diámetro.
- Matraces aforados de 1000 mL.
- Pipetas aforadas de 1, 2, 3, 4, 5, 10 mL.
- Pipetas graduadas de 10 mL.

### 3. *Muestreo Y Preservación De La Muestra*

Recolectar la muestra en envases de vidrio o plástico, sin cámara de aire. Refrigerar a 4°C, mantener en la oscuridad. Si no se analiza inmediatamente luego de extraída la muestra, acidificar con ácido sulfúrico a pH < 2 y refrigerar. Analizar antes de 7 días.

### 4. *Interferencias*

Los iones inorgánicos reducidos tales como: hierro ferroso, sulfuro, magnesio, manganeso, etc, son oxidados cuantitativamente bajo las condiciones de análisis.

Para muestras conteniendo niveles significativos de estos iones, suponiendo que se oxidan estequiométricamente, y conociendo su concentración inicial se obtiene el valor de la DQO por medio de correcciones.

Los compuestos alifáticos volátiles de cadena larga no son oxidados, porque al volatilizarse no toman contacto con la solución oxidante.

## **5. Instrumentos**

- e) Espectrofotómetro o colorímetro, longitud de onda 600 nm. Con adaptador de celda (tubos de digestión) de 25 mm de diámetro.
- f) Digestor: block de aluminio con huecos para alojar tubos de 25 mm de diámetro y que opere a  $150 \pm 2^\circ\text{C}$ .

## **6. Reactivos y preparación**

Todos los reactivos deben ser calidad pura para análisis (ppa).

- a) Solución de digestión: Agregar a 500 mL de agua destilada 10.216 g de dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) previamente secado a  $103^\circ\text{C}$  por 2 horas, 167 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. y 33.3 g de sulfato mercúrico ( $\text{HgSO}_4$ ). Disolver, enfriar a temperatura ambiente y enrasar a 1000 mL.
- b) Solución de ácido sulfúrico: Agregar sulfato de plata ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) a ácido sulfúrico conc. en una relación de 5.5 g/kg de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Esperar 1 o 2 días antes de usar esta solución para permitir la disolución completa del  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ .
- c) Solución estándar de ftalato ácido de potasio (KHP), 500 mg  $\text{O}_2/\text{L}$ : Secar ftalato ácido de potasio (KHP) hasta peso constante a  $120^\circ\text{C}$ . Disolver 425 mg en agua destilada y diluir a 1000 mL en matraz aforado. Conservar la solución refrigerada a  $4^\circ\text{C}$ .
- d) Agua destilada, libre de materia orgánica.

## **7. Elementos de Protección Personal (EPP) y dispositivos de seguridad**

Para la realización de esta práctica es necesario el uso de los siguientes EPP y dispositivos de seguridad:

- Cabina de extracción.
- Fuente lava ojos.
- Gafas de seguridad.
- Guantes de nitrilo gruesos y delgados.

## **8. Condiciones de seguridad**

- Use los EPP permanentemente mientras permanece dentro del laboratorio. No se retire los EPP hasta que haya abandonado definitivamente el laboratorio.
- **Manipulación del Ácido sulfúrico.**

- Provoca quemaduras graves!!
  - Indicaciones generales: En caso de pérdida del conocimiento nunca dar a beber ni provocar el vómito.
  - Inhalación: Trasladar a la persona al aire libre. En caso de que persista el malestar, pedir atención médica.
  - Contacto con la piel: Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas. Extraer el producto con un algodón impregnado en polietilenglicol 400.
  - Ojos: Lavar con agua abundante (mínimo durante 15 minutos), manteniendo los párpados abiertos. Pedir atención médica.
  - Ingestión: Beber agua abundante. Evitar el vómito (existe riesgo de perforación). Pedir inmediatamente atención médica. No neutralizar.
- **Manipulación del Bicromato de potasio.**
    - Puede causar cáncer. Puede causar alteraciones genéticas hereditarias.
    - Puede perjudicar la fertilidad. Riesgo durante el embarazo de efectos adversos para el feto. Peligro de fuego en contacto con materias combustibles. También nocivo en contacto con la piel. También tóxico por ingestión. También muy tóxico por inhalación. Provoca quemaduras. Posibilidad de sensibilización por inhalación y en contacto con la piel.
    - En caso de pérdida del conocimiento nunca dar a beber ni provocar el vómito. Inhalación: Trasladar a la persona al aire libre. En caso de que persista el malestar, pedir atención médica.
    - Contacto con la piel: Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas.
    - Ojos: Lavar con agua abundante (mínimo durante 15 minutos), manteniendo los párpados abiertos. Pedir inmediatamente atención médica.
    - Ingestión: Beber agua abundante o leche. Provocar el vómito. Pedir atención médica. Mantener libres las vías respiratorias. Limpiar las heridas a conciencia y taparlas con material estéril.
- **Manipulación del Sulfato de Plata.**
    - Categorías del peligro: Lesiones oculares graves o irritación ocular, Peligroso para el medio ambiente acuático: Acuático agudo , Peligroso para el medio ambiente acuático: Acuático crónico 1.
    - Indicaciones de peligro:
    - Provoca lesiones oculares graves. Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
    - Evitar su liberación al medio ambiente. Llevar guantes/prendas/gafas/máscara de protección.
    - EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.

- **Manipulación del Sulfato de mercurio.**

- PELIGRO ¡!!!! Mortal en caso de ingestión!!! Mortal en contacto con la piel!!! Mortal en caso de inhalación. Puede provocar daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.
- Muy tóxico para los organismos acuáticos. Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
- Peligro de efectos acumulativos.

## **9. Procedimiento**

### **Curva de calibración:**

- a) Pipetear en 7 tubos de digestión: 1, 2, 3, 4, 5, 8 y 10 mL de la solución estándar de KHP y completar un volumen final de 10 mL con agua destilada. Estas soluciones corresponden a 50, 100, 150, 200, 250, 400, 500 mg O<sub>2</sub>/L respectivamente.
- b) Hacer un blanco de reactivos, pipeteando 10 mL de agua destilada en un tubo de digestión.
- c) Agregar a cada tubo de digestión 6 mL de solución de digestión y 14 mL de solución de ácido sulfúrico.
- d) Tapar bien los tubos de digestión y agitarlos vigorosamente. Colocar los tubos en el digestor a 150°C durante 2 horas. Enfriar los tubos a temperatura ambiente colocándolos en una gradilla. La gradilla debe ser adecuada para no deteriorar la calidad del vidrio de los tubos, los que se usan como celda en el espectrofotómetro.
- e) Invertir los tubos varias veces y esperar a que el sólido sedimente.
- f) Descartar los tubos de digestión cuya solución posea color verde. Leer la absorbancia a 600 nm.
- g) Graficar la absorbancia versus mg O<sub>2</sub>/L y trazar la mejor recta.
- h) Hacer una curva de calibración por cada lote de reactivos preparados.

## **10. Cálculos y expresión de resultados**

$$\text{DQO, mg O}_2\text{/L} = \frac{C \times 10}{T}$$

donde:

C = mg O<sub>2</sub>/L de la muestra leídos de la curva de calibración

T = mL de muestra tomada para el ensayo

Los resultados se expresan en mg de oxígeno consumido/L.

## **11. Manejo de residuos peligrosos**

- a)** Debido al alto contenido de cromo, mercurio y plata de las soluciones, disponga las soluciones sobrantes en el contenedor para metales en solución.

### **Documentos de referencia**

- [1- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 18th Edition. Washington DC, APHA, AWWA, WWCF, 1992. pp 5-6 - 5-10.
- 2- HACH Technical center for Applied Analytical Chemistry. Introduction to Chemical Oxygen Demand. Booklet N° 8. Hach Company, U.S.A.

### **12. Anexos**

No aplica.

### **CONTROL DE DOCUMENTO**

	Nombre	Cargo	Dependencia	Fecha
Elaboración				
Revisión				
Aprobación				

### **CONTROL DE CAMBIOS**

Versión No.	Fecha de aprobación	Descripción del cambio	Solicitó