



Apéndice B

DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO

.1 Introducción

La DQO se define como la cantidad de un oxidante determinado que reacciona con la muestra a condiciones controladas. La cantidad del oxidante consumido se expresa en términos de equivalencia de oxígeno. El valor de la DQO expresa el contenido orgánico total de una muestra.

.2 Materiales

- 4 Tubos para digestión de DQO o los que sean necesarios
- 3 Pipetas de 1ml
- 2 Pipetas de 2ml
- 1 Pipeta de 10ml
- 4 vasos de precipitados de 20ml
- 1 agitador magnético
- 1 parrilla
- 2 microburetas (200-50 μ l)
- 1 gradilla
- 1 digestor

.3 Reactivos

- Solución estándar de dicromato de potasio (solución digestora)
- Reactivo de ácido sulfúrico



- Solución indicadora de ferroina
- Sulfato ferroso de amonio (FAS)

3.1 Solución Std. de dicromato de potasio.

Disolver 4.913g de $K_2Cr_2O_7$, grado estándar primario previamente secado durante 2h a $103^\circ C$, en agua destilada, 167 ml de ácido sulfúrico concentrado y 33.3 g de $HgSO_4$ y diluir a 1L en un matraz aforado.

3.2 Reactivo de ácido sulfúrico.

Agregar con cuidado Ag_2SO_4 grado reactivo o técnico, en cristales o polvo, sobre H_2SO_4 concentrado en proporción 5.5g de Ag_2SO_4 /Kg de H_2SO_4 . Dejar en reposo 1 o 2 días para la disolución de Ag_2SO_4 .

3.3 Solución indicadora de ferroina.

Disolver 1.485g de 1,10-fenantrolina monohidratada y 695mg de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en agua destilada y diluir a 100ml. Esta solución también se puede adquirir comercialmente.

3.4 Sulfato ferroso de amonio 0.25M. (FAS)

Disolver 39.2g de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ en agua destilada; agregar 20ml de H_2SO_4 concentrado, enfriar y diluir a 1L.

4 Procedimiento

4.1 Método de Titulación

1. En un vial limpio y seco colocar la muestra, agregar la solución digestora ($K_2Cr_2O_7$), y la solución ácida muy lentamente ya que es una reacción exotérmica. Los volúmenes de los reactivos y muestra pueden verse en la siguiente tabla



Vol. total (ml)	Vol. Muestra (ml)	Sol. Digestora (ml)	Sol. Ácido sulfúrico (ml)
7.5	2.5	1.5	3.5
15	5	3	7

- Si la muestra está muy concentrada al añadirle los reactivos se tornará verde, en este caso se deberán determinar por dilución. La muestra debe permanecer amarilla aún después de la digestión.
- Preparar un blanco, agregando agua destilada en lugar de la muestra.
- Colocar los viales en el digestor a 150°C y dejar reaccionar durante 2 horas.
- Transcurrida la digestión dejar enfriar a temperatura ambiente.
- Colocar la muestra de los viales en un matraz y enjuagar 2 veces el vial con agua destilada (cantidades conocidas)
- Agregar una o dos gotas del indicador Ferroina.
- Titular con FAS hasta el vire, éste pasará de un color amarillo-verdoso a uno azul y luego a uno café-rojizo. Cuando se presente el color azul se está muy cerca de la terminación.
- Cálculos. El valor de DQO se calculará con la siguiente fórmula:

$$DQO = \frac{(A - B) * M_{FAS} * 8000}{ml_{muestra}}$$

Donde:

A = ml de sol. FAS usados para el blanco

B = ml de sol. FAS usados para la muestra

M = molaridad de la sol. FAS



4.2 Método Colorimétrico

1. Para la corrida en el método colorimétrico en equipo Hach
2. Posterior a la digestión y enfriamiento de los viales se vierte en celda de lectura del espectrofotómetro.
3. Ingresar el programa 2720 a una longitud de onda de 620 nm
4. Seguir instrucciones del equipo.