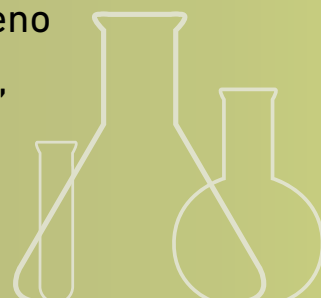


# 2011UY

Determinación de Demanda Química de Oxígeno de bajas concentraciones en aguas naturales, aguas contaminadas y efluentes líquidos.



Método espectrofotométrico, reflujo cerrado

---

**Elaborado** - R. Gálvez

**Modificado** - No aplica

---

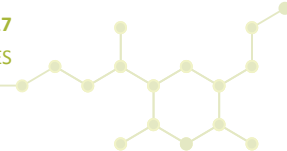
**Revisado** - S. Azambuya, Jefe Sección Físico-Químico

---

**Aprobado** - N. Barboza, Director División Laboratorio Ambiental

---





## 1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica se utiliza para la determinación de Demanda Química de Oxígeno en aguas naturales. Es posible la utilización del presente procedimiento en efluentes industriales y aguas contaminadas cuyas concentraciones obtenida por el método 2009UY sean menores a 100 mg O<sub>2</sub>/L  
El límite de detección es 6,4 mg O<sub>2</sub>/L, y el límite de cuantificación es 19 mg O<sub>2</sub>/L.  
El rango de trabajo queda determinado entre 19 y 150 mg O<sub>2</sub>/L.

## 2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA.
- 2.2. Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA.
- 2.3. Manual de Control de Calidad Analítico – Laboratorio Ambiental DINAMA.
- 2.4. Carpeta de mantenimiento y control de equipos – Laboratorio Ambiental DINAMA.
- 2.5. Instructivo de uso del digestor (INE 105)
- 2.6. Instructivo de uso balanza de resolución 0,001 g (INE 15)
- 2.7. Instructivo de uso espectrofotómetro (INE 106)
- 2.8. Ruta de análisis (RFQ 38)
- 2.9. Registro de preparación de soluciones control (RPS 01)
- 2.10. Registro de preparación de reactivos y estándares (RPR 01)

## 3. RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1. 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 específico fuerte, en condiciones específicas de temperatura y tiempo. La cantidad de oxidante consumido se expresa en términos de su equivalencia de oxígeno.
- 3.2. Los componentes tanto orgánicos como inorgánicos de la muestra son pasibles de oxidación, pero en la mayoría de los casos predominan los componentes orgánicos y son de mayor interés.
- 3.3. La demanda química de oxígeno es un ensayo definido, el alcance en cuanto a la oxidación de la muestra puede ser afectada por el tiempo de digestión, la fuerza del reactivo y la concentración de DQO que posee la muestra.
- 3.4. La muestra se oxida con una cantidad conocida de dicromato de potasio en exceso, en medio ácido y en presencia de catalizadores a 150 °C ± 2 °C, en un sistema cerrado. En el caso de la determinación de DQO para concentraciones menores a 150 mg O<sub>2</sub>/L, se determina espectrofotométricamente la disminución del dicromato inicial a 420 nm.

## 4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Se requieren túnica, guantes y lentes de seguridad.
- 4.2. Cada reactivo debe ser considerado como un peligro potencial para la salud, la exposición a los mismos debe ser minimizada.
- 4.3. Si bien las soluciones de dicromato y ácido sulfúrico vienen preparadas y fraccionadas, se debe tener especial cuidado con la solución de dicromato de potasio: dicha solución contiene además del dicromato que es tóxico, una sal de mercurio que es extremadamente tóxica por contacto con la piel y los ojos. La solución de ácido sulfúrico también puede causar quemaduras por contacto con los ojos y la piel.

## 5. INTERFERENCIAS

- 5.1. La oxidación de la mayoría de los compuestos orgánicos es de entre el 95 y 100 % del valor teórico. La piridina y compuestos relacionados resisten la oxidación y los compuestos orgánicos volátiles reaccionarán en proporción a su contacto con el oxidante. Los compuestos de cadena alifática lineal son oxidados más efectivamente en presencia de un catalizador de sulfato de plata.
- 5.2. La interferencia más común es el ion cloruro. El cloruro reacciona con el ion plata para precipitar cloruro de plata, y esto inhibe la acción catalítica de la plata. Bromuro, yoduro y cualquier otro reactivo que inactive el ion plata puede interferir de forma similar.

- 5.3. 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.
- 5.4. Los compuestos alifáticos volátiles de cadena larga no son oxidados, porque al volatilizarse no toman contacto con la solución oxidante.
- 5.5. Si la muestra es preservada con ácido sulfúrico concentrado y es utilizada para relacionarla con DBO o TOC, verificar que todas las determinaciones sean realizadas en las mismas condiciones.

## 6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 6.1. La preparación de los materiales a ser empleados se realiza de acuerdo al Manual Procedimiento 16 (PR 16) "Limpieza de materiales", perteneciente al Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental de DINAMA.
- 6.2. Recolectar la muestra en envases de vidrio o plástico, un volumen mínimo de 100 mL sin cámara de aire. Refrigerar a temperatura  $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $> 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Analizar dentro de las 24 h de extraída la muestra. En caso de necesitar preservar la muestra, llevar a  $\text{pH} < 2$  con ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) y refrigerar a temperatura  $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $> 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ); teniendo en este caso 7 días para analizar la muestra.

## 7. INSTRUMENTAL Y MATERIALES

- 7.1. Espectrofotómetro con longitud de onda de 420 nm
- 7.2. Digestor: block de aluminio con huecos circular, para alojar tubos de 16 mm de diámetro, que opere a  $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Los tubos deben poder ingresar y ser extraídos de los huecos fácilmente, para evitar que serán rayados.
- 7.3. Tubos de digestión de kit: tubos con los reactivos de borosilicato con tapa de rosca resistente al calor y contratapa de teflón, de 7,5 mL de capacidad y 16 mm de diámetro externo. Asegurar que los tubos utilizados como celdas de lectura posean buena calidad óptica.
- 7.4. Matraces aforados de 1000 mL y 500 mL.
- 7.5. Pipetas automáticas de volumen variable (1-10 mL) y punteros correspondientes.
- 7.6. Pipetas automáticas de volumen variable (100-1000  $\mu\text{L}$ ) y punteros correspondientes.
- 7.7. Balanza de resolución 0,01 g (AND HF 2000G o similar).
- 7.8. Balanza de resolución 0,0001 g (Precisa 205 o similar).
- 7.9. Destilador de agua (Barnstead o similar)

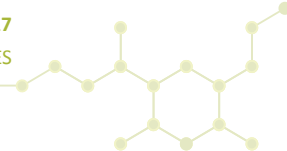
## 8. REACTIVOS

- 8.1. Solución estándar de ftalato ácido de potasio, 1000 mg  $\text{O}_2/\text{L}$ : secar ftalato ácido de potasio (KHP Nro. CAS 877-24-7) a  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta peso constante. Disolver 850,0 mg en agua destilada o grado superior y diluir a 1000 mL en matraz aforado. Conservar la solución refrigerada a  $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $> 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Esta solución es estable por una semana. En caso de observar alteración de la solución, descartar.
- 8.2. Agua destilada (grado 3, según ISO 3696 en su versión vigente) o grado superior.

*Nota 1: Salvo que se especifique, se debe emplear reactivos para análisis (PA), que son aquellos cuyo contenido en impurezas no rebasa el número mínimo de sustancias determinables por el método que se utilice.*

## 9. PRECAUCIONES PARA LA OPERACIÓN

- 9.1. La muestra a analizar debe estar a temperatura ambiente y homogeneizada, por lo tanto agitar antes de realizar la toma.



## 10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

### 10.1. Curva de calibración:

Realizar una dilución de la solución estándar para obtener una concentración de 150 mg O<sub>2</sub>/L aproximadamente.

Realizar una curva de calibración de por lo menos 7 diluciones del estándar, incluyendo un blanco y el límite de cuantificación y que abarque todo el rango de trabajo; completando a un volumen final de 2,5 mL con agua.

10.2. Tapar los tubos y agitarlos en forma circular, manteniéndolos en posición vertical.

10.3. Colocar los tubos en el digestor a 150 °C durante 2 horas.

10.4. Enfriar los tubos a temperatura ambiente.

10.5. Limpiar los tubos con papel y alcohol antes de medir en el espectrofotómetro. La gradilla debe ser adecuada para no deteriorar la calidad del vidrio de los tubos, ya que se usan como celda en el espectrofotómetro.

10.6. Realizar el ajuste de cero del equipo a 400 nm con un tubo conteniendo agua destilada en el portacelda.

10.7. Leer la absorbancia a 420 nm.

10.8. Graficar la absorbancia leída en función de la concentración del estándar mg O<sub>2</sub>/L.

## 11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

11.1. Blancos: utilizar un blanco sin digerir como solución de referencia; y compararlo con el blanco digerido para confirmar la reacción analítica correcta y para determinar el blanco del método (se acepta un 10 % de apartamiento).

11.2. Homogenizar la muestra. Tomar 2,5 mL de muestra y colocarlo en el tubo (kit). Tapar bien el tubo y agitar vigorosamente en forma circular, manteniéndolo en posición vertical

11.3. Colocar los tubos en el digestor a 150 °C durante 2 horas.

*Nota 2: Las muestras, la curva de calibración y la solución control deben ser digeridas simultáneamente en las mismas condiciones.*

## 12. ANÁLISIS DE DATOS

12.1. La curva de calibración para bajas concentraciones está representada por la siguiente curva lineal:

$$\text{Abs estándar} = a \times C + b$$

donde:

a: corresponde a la pendiente de la curva de calibración

b: corresponde a la ordenada en el origen de la curva de calibración.

C: corresponde a la concentración en mg O<sub>2</sub>/L

12.2. La concentración de DQO se calcula según la siguiente ecuación:

$$\text{DQO (mg O}_2\text{/L)} = \frac{(\text{Abs muestra} - b)}{a}$$

## 13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

13.1. **Control de la exactitud:** Realizar una dilución de la solución control preparada según Manual de Control de Calidad analítico PGC04, para obtener una solución de 50 mg O<sub>2</sub>/L.

Realizar por lo menos un control de exactitud por batch de muestras.

Se acepta un 15 % de apartamiento hasta contar con el grafico de control para la técnica.

13.2. **Control de la precisión:** Se debe realizar el análisis por duplicado de todas las muestras de industrias y de una de cada tres muestras de aguas, y por lo menos un duplicado por batch.

Verificar que la dispersión de los duplicados sea menor al 15 % hasta contar con grafico de control

13.3. **Porcentaje de recuperación:**

**Fortificación:** El porcentaje de recuperación de la adición de una alícuota de solución estándar se realiza en

todas las muestras de industrias y en una de cada cinco muestras de aguas que se analicen, siempre como mínimo una fortificación por batch.

La fortificación debe estar dentro del rango de control 80 - 120 %, de lo contrario, evaluar la pertinencia de repetir el análisis. Graficar en un gráfico de control de límites fijos, los valores obtenidos.

## 14. BIBLIOGRAFÍA

- 14.1. American Public Health Association (APHA) (2012) Standard method for examination of water and wastewater, 22nd edition APHA, AWWA, WEF, Washington, DC. Método 5220 A Chemical Oxygen Demand (COD) Introduction y 5220 D Closed Reflux, Colorimetric Method pp. 5-16 a 5-17 y 5-20 a 5-21
- 14.2. Manual del espectrofotómetro: Operation Instructions UV Software UV- 9200/ VIS 7220G, Rayleigh Analytical Instrument Corp.

