



Demanda Química de Oxígeno (Hach).

- 1.- Homogenice la muestra agitando el frasco donde se recolecto la muestra.
- 2.- Encienda el Reactor de calentamiento y precaliente a 150 C.
- 3.- Remueva la tapa del tubo de reactivo de digestión para DQO.

Nota: La mezcla de reacción es sensible a la luz, por lo tanto mantenga en el dentro contenedor de envío hasta su uso.

- 4.- Sostenga el tubo de digestión en un ángulo de 45 grados. Vierta con ayuda de una pipeta volumétrica 2 ml de la muestra a analizar (o su dilución). Tenga cuidado de que no haya salpicadura debido a que eso causa error en la determinación, además el líquido es corrosivo y se calienta al añadirle la muestra.
- 5.- Vuelva a colocar la tapa del tubo, lave con agua destilada el exterior y seque con una toalla de papel.
- 6.- Invierta suavemente el tubo varias veces para agitar el contenido, después colóquelo en el reactor de calentamiento.
- 7.- Prepare un blanco repitiendo las etapas 3 a la 6 usando 2 ml de agua destilada. Correr un blanco cada vez que se realice un lote de análisis.
- 8.- Caliente los tubos preparados por 2 horas.
- 9.- Apague el reactor y espere cerca de 20 minutos para que los tubos se enfríen a 120 C o menos.
- 10.- Invierta cada tubo nuevamente mientras aún están caliente para homogenizar la solución. Coloque los tubos en una gradilla y espere hasta que se enfríen a temperatura ambiente.

Nota: si aparece un color verde puro en alguna muestra, mida el DQO y de ser necesario repita el procedimiento.

- 11.- Introduzca el número de programa almacenado para la medición de DQO de alto rango presionando **PRGM**, la pantalla mostrara **PRGM?**



EXCELQUIMICA INDUSTRIAL, S. A. DE C. V.

12.- Presione **17 ENTER**, la pantalla mostrara **mg/L, COD** además del símbolo **ZERO**.

13.- Inserte el adaptador para DQO en el orificio de lectura del fotómetro mediante la rotación del adaptador, hasta que este quede en su posición. Entonces empuje este hacia abajo para insertarlo completamente.

14.- Limpie el exterior del tubo con una toalla de papel, procure no dejar marcas de los dedos en el tubo.

15.- Coloque el blanco en el adaptador del fotómetro.

16.- Coloque la cubierta encima del tubo al que se hará la medición para impedir que entre la luz del ambiente.

Nota: el blanco es estable mientras se almacene en un lugar oscuro.

17.- Presione **ZERO**. Se moverá el cursor hacia la derecha y entonces la pantalla mostrara **0 mg/L COD**.

18.- Limpie la siguiente muestra con una toalla de papel.

19.- Coloque la muestra en el adaptador del fotómetro.

20.- Coloque la cubierta encima del tubo al que se hará la medición para impedir que entre la luz del ambiente.

21.- Presione **READ**. Se moverá el cursor hacia la derecha y entonces la pantalla mostrara el resultado de la muestra en **mg/L COD**.



Demanda Química de Oxígeno.

Introducción.

La Demanda Química de Oxígeno (DQO) se usa como una medida del equivalente de oxígeno de la materia orgánica que es susceptible a la oxidación por un agente oxidante químico fuerte. Para muestras de una fuente específica el DQO se puede relacionar con el nivel de DBO, esto es útil para monitorear y controlar procesos después de que se ha establecido la correlación entre ambos parámetros.

Principio del Método.

La mayoría de los tipos de materia orgánica son oxidados por una mezcla en ebullición de ácidos Crómico y Sulfúrico, la muestra se mantiene en reflujo en esta solución acida fuerte con un exceso conocido de Dicromato de Potasio ($K_2Cr_2O_7$) el cual se puede leer mediante un espectrofotómetro a 600 nm para determinar la desaparición del color amarillo.

Procedimiento.

a) Preparación de tubos de digestión. Llene los tubos de digestión añadiendo el volumen de la solución de digestión (1.5 mL) y el volumen de reactivo de solución ácida (3.5) indicado en la siguiente tabla, una vez añadidos tape los tubos e invierta varias veces hasta que se observe una solución homogénea.

Tubo de digestión	Muestra (mL)	Solución Digestión (mL)	Reactivo de Ácido Sulfúrico (mL)	Volumen Total Final (mL)
Estándar 10 mL	2.5	1.5	3.5	7.5

b) Añada el volumen de muestra (2.5 mL) a analizar indicado en la tabla anterior, así como también el blanco y los estándares. Tenga precaución, use lentes o careta facial para prevenir salpicaduras ya que la solución es muy corrosiva.

c) Coloque los tubos en el block de calentamiento a 150 C por 2 horas. Enfríe a temperatura ambiente.



EXCELQUIMICA INDUSTRIAL, S. A. DE C. V.

d) Medición de la reducción de Dicromato. Invierta los tubos de las muestras, blancos y estándares varias veces y permita sedimentar los sólidos que se encuentran dentro de los tubos, procure despegar con la misma solución (o golpeando ligeramente el tubo) los cristales que pudieran quedar adheridos las paredes laterales de los tubos, Inserte los tubos sin destapar en el espectrofotómetro.

e) Coloque la longitud de onda del espectrofotómetro a 600 nm, después calibre el cero colocando el blanco. Tome las medidas de absorbancia a 600 nm y compárelas con la curva de calibración o la lectura directa del DQO en el equipo para cada una de las muestras y estándares.

Preparación de la Curva de Calibración.

Prepare al menos 5 estándares a partir de la solución de Biftalato de Potasio con contenidos de DQO de 20 a 900 mg O₂/L diluyendo con agua destilada usando los mismos tubos, reactivos y procedimiento de digestión que los que se usaran para el análisis de muestras, use los volúmenes indicados en la siguiente tabla.

Preparación de Estándares		
Estándar mg/L DQO	Volumen solución Biftalato 0.0834 M (mL)	Volumen a aforar (mL)
20	2	100
200	20	100
500	50	100
700	70	100
900	90	100

Cálculos.

$$\text{DQO mg/L O}_2 = \text{mg/L O}_2 \text{ en el volumen final} \times 1000/\text{mL de muestra}$$



EXCELQUIMICA INDUSTRIAL, S. A. DE C. V.

Interferencias. Compuestos alifáticos volátiles de cadena lineal no son oxidables debido a que estos permanecen en la fase gas y no hay contacto con la solución de digestión, si se sospecha grandes cantidades de estos compuestos se recomienda catalizar el proceso con AgNO_3 , para prevenir la precipitación de haluros con la planta se añadiría como Sulfato mercúrico para acomplejar los cloruros. Los nitritos y agentes reductores tales como iones ferrosos, sulfuros manganosos etc. también provocan interferencias positivas durante el análisis

Cantidad mínima detectable.

La cantidad mínima detectable por este método es de 5 mg/L

Aparatos.

- a) Tubos de Digestión. Tubos de borosilicato de 16 X 100 mm con tapa recubierta de TFE
- b) Calentador de tubos. Bloque de calentamiento de aluminio vaciado de 45 a 50 mm de profundidad con orificios para colocar los tubos de digestión capaz de mantener una temperatura de 150 ± 2 C.
- c) Espectrofotómetro.
- d) Matraces de Aforación.

Reactivos.

- a) Solución de Digestión: Añada a 500 mL de agua destilada 10.216 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ previamente secado a 103 C por 2 horas, 167 mL de H_2SO_4 concentrado, y 33.3g de HgSO_4 , disuelva, enfríe a temperatura ambiente y diluya a 1000 mL
- b) Reactivo de Ácido Sulfúrico. Añada 5.5 g de Ag_2SO_4 por cada Kg de ácido Sulfúrico, permita reposar por 1 ó 2 horas para que se disuelva el Ag_2SO_4 .
- c) Ácido Sulfámico.
- d) Estandar de Ftalato Ácido de Potasio (KHP), 0.0834 M. Muela ligeramente y entonces seque el Biftalato de Potasio ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$) A 120 C hasta peso constante. Disuelva 850 mg en agua destilada y diluya a 1,000 mL. El KHP tiene un DQO teórico de 1.176 mgO₂/mg de esta solución y esta solución tiene un DQO teórico de 1.0 mg O₂/mL. Esta solución es estable hasta por 3 meses en ausencia de crecimiento biológico visible