

Oxígeno Disuelto

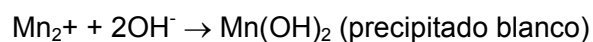
Los niveles de oxígeno disuelto (OD) en aguas naturales y residuales dependen de la actividad física, química y bioquímica del sistema de aguas. El análisis de OD es una prueba clave en la contaminación del agua y control del proceso de tratamiento de aguas residuales.

Se describen dos métodos para el análisis de OD: el de Winkler o yodométrico y sus modificaciones, y el electrométrico. El método yodométrico es un procedimiento titulométrico basado en la propiedad oxidante del OD, mientras que el método del electrodo de membrana se basa en la tasa de difusión del oxígeno molecular a través de una membrana. La elección del método depende de las interferencias presentes, la precisión deseada y, en algunos casos, de la comodidad o conveniencia.

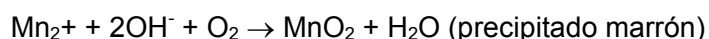
Técnica de Winkler

Fundamento: se basa en la adición de solución de manganeso divalente, seguido de álcali fuerte, a la muestra contenida en un frasco con tapón de vidrio de cierre hidráulico. El OD oxida rápidamente una cantidad equivalente del precipitado disperso de hidróxido manganeso divalente a hidróxidos con mayor estado de valencia.

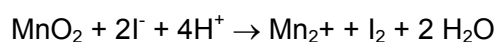
En ausencia de OD:



En presencia de OD:

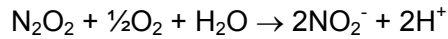
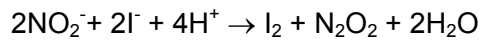


En presencia de iones yoduro, en solución ácida, el manganeso oxidado revierte al estado divalente, con liberación de yodo en cantidad equivalente al contenido original de OD.



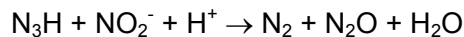
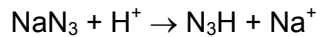
Se valora, luego, ese yodo con una solución patrón de tiosulfato de sodio 0,025 M. El punto final de la titulación se puede detectar visualmente con un indicador de almidón o con técnicas potenciométricas.

Dentro de las interferencias que pueden presentarse están los nitritos, que liberan yodo a partir de los yoduros:



Para reducir al mínimo el efecto de esas interferencias existen varias modificaciones del método yodométrico. Entre los procedimientos más comunes se encuentra la modificación azida. Esta modificación elimina eficazmente la interferencia producida por el nitrito, que es la más común en efluentes tratados biológicamente y muestras de DBO incubadas.

Uso de la azida de sodio:



Materiales

- Bureta
- Frascos de 250 a 300mL
- Pipetas

Reactivos

- Solución de sulfato de manganeso (II): Se disuelve 480 g de $\text{MnSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$, 400 g de $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o 364 g de $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en agua destilada, fíltrese y dilúyase a 1 L. La solución de MnSO_4 no debe dar color con almidón cuando se añade una solución acidificada de yoduro de potasio (KI).

- Reactivo álcali-yoduro-azida: Se disuelve 500 g de NaOH (700g de KOH) y 135 g de NaI (o 150 g de KI) en 1 L. de agua destilada. Añadir 10 g de NaN_3 disueltos en 40 mL de agua destilada. Este reactivo no debe dar color con una solución de almidón cuando se diluya y acidifique.

- Ácido sulfúrico, H_2SO_4 concentrado.
- Almidón: Se utiliza una solución acuosa o mezclas solubles de polvo de almidón. Para preparar una solución acuosa, se disuelve 2 g de almidón soluble calidad laboratorio y 0,2 g de ácido salicílico, como conservador, en 100 mL de agua destilada caliente.

- Titulante de tiosulfato sódico patrón: Se disuelve 6,205 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada.

Recopilación: Bioq. Beatriz Lermann de Abramovich, Bioq. María Cristina Gilli, Lic. María Susana Eliggi, Lic. Mariel G. Zerbato

Añadir 1,5 mL de NaOH o 0,4 NaOH sólido y diluir a 1 L. Estandarizar con solución de biyodato.

- Solución patrón de biyodato potásico, 0,0021M: Se disuelve 812,4 mg de $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ en 1 L de agua destilada.

Estandarización: Se disuelven aproximadamente 2 g de KI, exento de yodato, en erlenmeyer con 100 a 150 mL de agua destilada. Se añade 1 mL de H_2SO_4 6N o unas gotas de H_2SO_4 concentrado y 20 mL de solución patrón de biyodato. Disolver a 20 mL y titular el yoduro liberado con tiosulfato, añadiendo almidón hacia el final de la titulación, cuando la coloración de la solución se torne pálida. Cuando las soluciones tengan igual concentración, se necesitará 200 mL de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025M. Si no es así, ajustar la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025M.

- Solución de fluoruro potásico: Se disuelve 40 g de $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 100 mL de agua destilada.

Método

A la muestra recogida en un frasco de 250 a 300 mL se le añade 1 mL de solución de MnSO_4 y 1 mL de reactivo álcali-yoduro-azida. Tapar cuidadosamente para excluir las burbujas de aire y mezclar por inversión varias veces. Una vez que el precipitado se ha depositado suficientemente se añade 1,0 mL de H_2SO_4 concentrado para dejar un sobrenadante claro por encima del hidróxido de manganeso floculado. Volver a tapar y mezclar invirtiendo varias veces hasta la disolución completa. Titular un volumen correspondiente a 200 mL de la solución anterior.

Titular con solución 0,025 M de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hasta color amarillo pálido. Añadir gotas de solución de almidón y continuar valorando hasta la primera desaparición del color azul.

Informe de resultados

Para titular 200 mL de muestra, 1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025 M = 1 mg OD/L.

Bibliografía

- "MÉTODOS NORMALIZADOS PARA EL ANÁLISIS DE AGUAS POTABLES Y RESIDUALES". APHA, AWWA, WPCF. 17 Edición. Ed. Diaz de Santos S.A. 1992
- "STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF THE WATER AND WASTEWATER". APHA, AWWA, WEF. 20th edition. 1998