



MINISTERIO DE ECONOMIA

Acuérdase aprobar la Norma Guatemalteca Obligatoria siguiente: COGUANOR NGO 29 014 h8 Primera Revisión. Aguas. Determinación de constituyentes orgánicos. Demanda Química de Oxígeno (DQO) adoptada por la Comisión Guatemalteca de Normas en el punto segundo, acta 14-2004 de fecha 22 de octubre del año 2004 resolución número 13-2004.

ACUERDO GUBERNATIVO No. 512-2005

Guatemala, 26 de septiembre de 2005

EL PRESIDENTE DE LA REPÚBLICA

CONSIDERANDO:

Que corresponde a la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR), estudiar, elaborar, adoptar y proponer al Organismo Ejecutivo, por conducto del Ministerio de Economía, la aprobación de normas que se consideren de utilidad para el país y contribuyan al desarrollo industrial, estableciendo principios de equidad en las relaciones entre productores y consumidores.

CONSIDERANDO:

Que el Consejo Directivo de la Comisión Guatemalteca de Normas, convocó en su oportunidad a los sectores público y privados involucrados en determinación de constituyentes orgánicos, así como otras entidades relacionadas con el tema, a efecto de que se pronunciaran sobre la propuesta de norma que tiene por objeto establecer métodos para determinar la Demanda Química de Oxígeno en agua, denominada en adelante DQO.

CONSIDERANDO:

Que consultados los sectores interesados y técnicos en la materia, emitieron opiniones, las cuales fueron conocidas por el Consejo Directivo de la Comisión Guatemalteca de Normas y habiéndose sometido a estudio, ese Cuerpo Colegiado, en el punto segundo, acta 14-2004, de fecha 22 de octubre del año 2004, emitió la resolución número 13-2004, en la que adopta la norma COGUANOR NGO 29 014 h8 Primera Revisión. Aguas. Determinación de constituyentes orgánicos. Demanda Química de Oxígeno (DQO). Por lo que estando satisfechos todos los requisitos necesarios para la adopción de esta norma, es procedente acordar su aprobación en forma legal.

POR TANTO:

En el ejercicio de las funciones que le confiere el Artículo 183, inciso e) de la Constitución Política de la República de Guatemala y con base en los Artículos 2º, literal b) y 6º. del Decreto 1523 del Congreso de la República, Ley de Creación de la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR).

ACUERDA:

ARTÍCULO 1. Aprobar la Norma Guatemalteca Obligatoria siguiente: COGUANOR NGO 29 014 h8 Primera Revisión. Aguas. Determinación de constituyentes orgánicos. Demanda Química de Oxígeno (DQO) adoptada por la Comisión Guatemalteca de Normas en el punto segundo, acta 14-2004 de fecha 22 de octubre del año 2004 resolución número 13-2004.

ARTÍCULO 2. El registro oficial de la norma indicada queda a cargo de la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR)

ARTÍCULO 3. El presente acuerdo empezara a regir ocho (8) días después de su publicación en el Diario de Centro América.

COMUNIQUESE



OSCAR BERGER PERDOMO

MARCIO CUEVAS

MINISTRO DE ECONOMÍA

NORMA GUATEMALTECA OBLIGATORIA

COGUANOR NGO
29 014 h8.
Primera Revisión.

Aguas. Determinación de constituyentes orgánicos. Demanda Química de Oxígeno (DQO).



Comisión Guatemalteca de Normas
Ministerio de Economía

Calle Alvarado Tzul 27-32, zona 12,
Segundo nivel, Guatemala, Guatemala.
Teléfonos: +502 2476-6784 al 87
Fax: +502 2476-6777

info-coguanor@mail.mineco.gub.gt
www.mineco.gub.gt

Referencia
ICS. 13.060.50

CONTENIDO

PRÓLOGO	
1. OBJETO	
2. CAMPO DE APLICACIÓN	
3. NORMAS COGUANOR A CONSULTAR	
4. GENERALIDADES	
5. MÉTODO TITRIMÉTRICO DE REFLUJO ABIERTO.....	
6. MÉTODO TITRIMÉTRICO DE REFLUJO CERRADO	
7. MÉTODO COLORIMÉTRICO DE REFLUJO CERRADO	
8. CORRESPONDENCIA	
9. ANEXOS	

Prólogo

La Comisión Guatemalteca de Normas -COGUANOR- es el Organismo Nacional de Normalización según el Decreto No. 1523 del Congreso de la República del 05 de mayo de 1962. COGUANOR es una entidad adscrita al Ministerio de Economía cuya principal misión es proporcionar soporte técnico al sector productivo y protección al consumidor, por medio de la actividad de normalización.

COGUANOR, preocupada por la protección del ambiente y la salud de la población y su relación con el desarrollo de la actividad productiva en el país, ha armonizado normas y metodologías internacionales para la revisión y actualización de la norma COGUANOR NGO 29 014 h8:97 AGUAS. Determinación de constituyentes orgánicos. Demanda química de oxígeno (DQO).

El proceso de normalización se realiza por medio de Comités Técnicos de Trabajo -CTT- o por encuesta pública, con lo que se garantiza la participación de los sectores interesados: Público, privado, académico-científico y la sociedad civil.

La revisión y actualización de la presente Norma estuvo a cargo del Comité Técnico de Trabajo de Metodologías Ambientales, integrado por las siguientes entidades:

- Autoridad para el Manejo Sustentable de la Cuenca y del Lago de Amatitlán (AMSA)
- Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR)
- Departamento de Salud y Ambiente, Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social
- Laboratorio Biológico Industrial (LABIND)
- Laboratorio Ecológico y Químico (ECOQUIMSA)
- Laboratorio Nacional de Salud, Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social (LNS/MSPAS)
- Ministerio de Energía y Minas (MEM)
- Organización Panamericana de la Salud, Guatemala (OPS)
- Programa de Química Analítica Ambiental, Instituto de Investigaciones Universidad del Valle de Guatemala (PQAA/UVG)
- Reactivos García Hermanos (RGH)
- Servicios y Productos Ambientales (SEPPA)
- Soluciones Analíticas, S. A.
- Unidad de Análisis Instrumental, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, Universidad de San Carlos de Guatemala (UAI/USAC)

1. Objeto

La presente norma tiene por objeto establecer métodos para determinar la Demanda Química de Oxígeno en agua, denominada en adelante DQO.

2. Campo de Aplicación

En esta norma se describen los métodos de análisis para determinar la DQO en agua:

- 2.1 Método titrimétrico de reflujo abierto
- 2.2 Método titrimétrico de reflujo cerrado
- 2.3 Método colorimétrico de reflujo cerrado

3. Normas COGUANOR a consultar

- 3.1 COGUANOR NGR-COPANT-ISO-IEC 17 025-2000. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.
- 3.2 COGUANOR NGO 4 010. Sistema Internacional de Unidades (SI).
- 3.3 COGUANOR NGO 29 010 h1. Aguas. Ensayos y/o análisis. Aparatos de laboratorio, reactivos y técnicas de laboratorio.
- 3.4 COGUANOR NGO 29 010 h2. Aguas. Ensayos y/o análisis. Expresión de resultados.
- 3.5 COGUANOR NGO 29 010 h3. Aguas. Ensayos y/o análisis. Precisión, exactitud, comprobación y corrección de los resultados de los análisis.
- 3.6 COGUANOR NGO 29 010 h4. Aguas. Ensayo y/o análisis. Toma y conservación de muestras.

4. Generalidades

4.1 Definición

La DQO se define como la cantidad de un oxidante específico que reacciona con la materia disuelta y suspendida (orgánica e inorgánica) de una muestra bajo condiciones controladas. La cantidad de oxidante consumido se expresa en términos de su equivalencia en oxígeno.

4.2 Discusión general

La DQO es un indicador de la contaminación en aguas residuales y aguas naturales. Se utiliza como una medida del equivalente de oxígeno de la materia orgánica contenida en una muestra susceptible a la oxidación por un oxidante químico fuerte.

En una muestra de agua los componentes orgánicos e inorgánicos se someten a una oxidación química. En muchos casos, el componente orgánico predomina y es el de mayor interés. Los resultados de la prueba dependen, principalmente, de qué tan completa sea la oxidación, la cual puede verse afectada por: El tiempo de digestión, la fuerza oxidante del reactivo, la naturaleza de la muestra y la presencia de sustancias que interfieren con la oxidación.

Un gran número de compuestos orgánicos son oxidados entre el 90% y 100%, ver inciso 4.4, y en aquellas aguas donde estos constituyentes predominan, tales como los efluentes municipales, el valor de DQO es una medida realista del consumo de oxígeno. Para otro tipo de aguas que contengan grandes cantidades de sustancias que son difíciles de oxidar bajo las condiciones de esta prueba, el valor de DQO es una medida no significativa del consumo de oxígeno; éste puede ser el caso de algunos efluentes industriales.



Algunos valores típicos de DQO para distintos tipos de aguas se presentan en el cuadro 1.

Cuadro 1. Valores usuales de DQO de agua residual de distintas procedencias

TIPO DE EFLUENTE	DQO INTERVALO (mg/L)	OBSERVACIONES
Industria vinícola (Cosecha) ¹	7 500 – 44 000	
Industria vinícola (Fuera de cosecha)	750 – 13 000	
Agua residual doméstica cruda ^{1, 2}	250 – 1 000	Valor usual = 500
Tanque séptico residencial sin cámara de filtración ¹	250 – 500	
Tanque séptico residencial con cámara de filtración ¹	160 – 300	

La DQO puede relacionarse empíricamente con la Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), el Carbono Orgánico Total (COT) o la materia orgánica. Luego de establecida la relación, el resultado es útil para el monitoreo, control y tratamiento del cuerpo de agua analizado. Usualmente los valores de DBO documentados se refieren a cinco días de incubación, razón por la cual se usará el término DBO₅.

4.2.1 Relaciones entre DBO₅, DQO y COT. Si el valor de la relación DBO₅/DQO en aguas residuales no tratadas se encuentra entre 0.3 – 0.8, se consideran fácilmente tratables mediante procesos biológicos. Si la relación DBO₅/DQO es menor que 0.3, el agua puede contener constituyentes tóxicos o se pueden requerir microorganismos aclimatados para su estabilización. La relación DBO₅/COT para aguas residuales no tratadas varía de 1.2 a 2.0. Al usar estas relaciones, se debe recordar que ellas cambiarán significativamente de acuerdo con el tratamiento que se haya realizado a las aguas residuales, como se muestra en el cuadro 2.

Cuadro 2. Comparación de relaciones de varios parámetros utilizados para caracterizar aguas residuales¹

Tipo de agua residual	DBO ₅ /DQO	DBO ₅ /COT
No tratada	0.3 – 0.8	1.2 – 2.0
Después de sedimentación primaria	0.4 – 0.6	0.8 – 1.2
Efluente final	0.1 – 0.3	0.2 – 0.5

4.3 Selección del método de ensayo

Debido a las propiedades químicas únicas del ion dicromato (Cr₂O₇²⁻), éste es el oxidante especificado en los métodos descritos en esta norma, en los cuales es reducido a ion crómico (Cr³⁺).

Para obtener resultados reproducibles con cualquiera de los métodos se requiere homogeneizar adecuadamente las muestras que presentan sólidos en suspensión.

El método de reflujo con dicromato de potasio (K₂Cr₂O₇) se prefiere sobre procedimientos que utilizan otros oxidantes, debido a su capacidad superior de oxidación, su aplicabilidad a una amplia variedad de muestras y su facilidad de manipulación.

El método titrimétrico de reflujo abierto es apropiado para una amplia variedad de muestras de agua. Con este método se requiere una muestra de por lo menos un litro, véase inciso 3.6.

Los métodos de reflujo cerrado (titrimétrico y colorimétrico) utilizan menor cantidad de sales metálicas y reactivos que el método de reflujo abierto. Se utilizan ampollas y tubos de reacción con soluciones preparadas que se encuentran disponibles comercialmente. Se deben seguir las instrucciones proporcionadas por el fabricante, ya que los volúmenes de muestra, de reactivos y las concentraciones de los mismos son críticos. El proveedor debe proporcionar las especificaciones de los límites de error y las hojas de seguridad de los reactivos.

Para valores esperados de DQO menores que 50 mg/L O₂ el método de reflujo abierto es menos exacto.

4.4 Interferencias y limitaciones

4.4.1 Compuestos orgánicos. Varios compuestos orgánicos (hidrocarburos aromáticos, piridina y compuestos relacionados, compuestos alifáticos volátiles de cadena recta) resisten la oxidación. Estos compuestos no son oxidados en un grado apreciable. Esto ocurre, en parte, debido a que los compuestos orgánicos volátiles están presentes en fase gaseosa y no entran en contacto con el oxidante. La adición de sulfato de plata (Ag₂SO₄) como catalítico mejora la oxidación de los compuestos alifáticos volátiles de cadena recta.

¹ Crites, R. y G. Tchobanoglous. 2000. Sistemas de manejo de aguas residuales para núcleos pequeños y descentralizados. Tomo I. McGraw Hill, Colombia. pp. 68-69.

² Metcalf & Eddy. 1996. Ingeniería de las aguas residuales. Tomo I. McGraw Hill, México. p. 125.

4.4.2 Haluros. Los haluros (cloruros, bromuros y yoduros) reaccionan con Ag₂SO₄ produciendo precipitados (haluros de plata), inhibiendo su actividad catalítica. Esta dificultad puede reducirse antes de iniciar el proceso de digestión, aunque no eliminarse completamente, formando un complejo soluble (haluromercurato) con sulfato de mercurio (HgSO₄). Aunque se especifica 1 g de HgSO₄ para una muestra de 50 mL, una cantidad menor puede usarse cuando se conoce que la concentración de cloruro en la muestra es menor que 2 000 mg/L y se mantenga una proporción en peso de 10:1 para la relación HgSO₄:Cl⁻. Sin embargo, en el caso de pruebas disponibles comercialmente, se deben seguir las instrucciones proporcionadas por el fabricante.

Las interferencias con haluros pueden ser removidas por medio de la precipitación con el ion plata y su filtración antes de la digestión, lo que puede introducir errores debido a la oclusión y acarreo de material, lo que se evidencia en valores bajos de DQO.

Existen técnicas para medir la DQO en aguas salinas, que pueden consultarse en las referencias bibliográficas^{3,4}.

4.4.3 Otros compuestos inorgánicos. Los agentes inorgánicos reductores, tales como nitritos, sulfuros y hierro(II) generan valores más altos de DQO. Estos interferentes pueden ser eliminados mediante una reacción con mercurio. Es necesario hacer cálculos estequiométricos del consumo de oxígeno de estos interferentes y restarlos del valor final de la prueba.

El amoníaco y sus derivados presentes en la muestra no son oxidados por el dicromato. Sin embargo, la presencia de cloro elemental puede oxidar estos compuestos, dando valores más altos de DQO.

Los nitritos (NO₂⁻) producen una DQO de 1.1 mg/mg NO₂⁻-N. Debido a que la concentración de NO₂⁻ en las aguas raramente excede de 1 a 2 mg/L NO₂⁻-N, la interferencia no es significativa y usualmente se ignora. Para eliminar una interferencia significativa debida a NO₂⁻, se adicionan 10 mg de ácido sulfámico por cada miligramo de NO₂⁻-N presente en el volumen de muestra utilizado. Es necesario analizar un blanco con agua destilada, desmineralizada o de pureza equivalente, agregando la misma cantidad de ácido sulfámico.

Los compuestos inorgánicos reducidos, tales como el hierro(II), sulfuros, manganoso(II), etc., son oxidados cuantitativamente bajo las condiciones del ensayo. Para muestras que contienen cantidades significativas de dichos compuestos se puede calcular una oxidación estequiométrica a partir de concentraciones iniciales conocidas de tales interferentes y luego se hacen las correcciones en el valor de DQO obtenido.

La limitación más importante es la generación de residuos peligrosos debido al uso de sales de plata, cromo hexavalente y mercurio en las determinaciones de DQO. El problema más grande radica en el uso de mercurio. Si la contribución del cloruro a la DQO es mínima, el HgSO₄ puede ser omitido. Muestras más pequeñas (como los volúmenes usados en los métodos de reflujo cerrado) conllevan a una generación menor de residuos. El material de desecho puede ser regenerado siguiendo procedimientos adecuados, véase anexo 2.

4.5 Muestreo, pretratamiento y almacenamiento

Las muestras deben ser recolectadas en frascos, debidamente limpios, de vidrio o de polietileno. Los frascos deben llenarse completamente para evitar que quede aire en el mismo.

El análisis debe realizarse en un lapso de 2 horas; si es inevitable un atraso antes del ensayo la muestra debe ser preservada acidificándola a pH < 2 con ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado (aproximadamente 2 mL por litro de muestra). No deben transcurrir más de 5 días después del muestreo y los frascos deben almacenarse a una temperatura de 4 °C ± 2 °C.

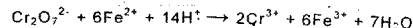
Cuando las muestras presenten sólidos, tales como material vegetal, grasa no disuelta, gel, etc., deben ser homogeneizadas utilizando una licuadora para reducir las partículas a un tamaño menor que el orificio de la pipeta que se utilizará para tomar la alícuota a analizarse. Esto puede variar de acuerdo al método aplicado.

Las aguas residuales que presentan una DQO mayor de 500 mg/L deben analizarse con diluciones preliminares para reducir el error inherente a la medición de volúmenes pequeños de muestra. Esto puede variar de acuerdo al método aplicado.

5. Método titrimétrico de reflujo abierto

5.1 Principio del método

La mayor parte de materia orgánica es oxidada por una mezcla de ácidos crómico y sulfúrico en ebullición. Las muestras de agua residual se llevan a reflujo en una solución ácida con un exceso conocido de K₂Cr₂O₇; después de la digestión, el remanente no reducido de K₂Cr₂O₇ es titulado con solución de sulfato amónico ferroso [Fe(NH₄)₂(SO₄)₂], para determinar la cantidad de K₂Cr₂O₇ consumido, según la siguiente reacción:



y luego la materia orgánica oxidable se calcula en términos de equivalente de oxígeno. Un mol de dicromato (Cr₂O₇²⁻) es equivalente a 1.5 moles de oxígeno (O₂). Las proporciones en masa, volumen y

³ Burns, E.R. & C. Marshall. 1965. Correction for chloride interference in the chemical oxygen demand test. *J. Pollut. Control Fed.* 37:1716.

⁴ Bauman, F.I. 1974. Dichromate reflux chemical oxygen demand: A proposed method for chloride correction in highly saline water. *Anal. Chem.* 46:1336.

concentración de los reactivos deben mantenerse constantes, cuando se utilizan volúmenes de muestra diferentes a 50 mL. El tiempo estándar de flujo de 2 h, puede reducirse si se ha comprobado que con un período menor se obtienen los mismos resultados.

Las muestras con muy baja DQO o con un contenido de sólidos altamente heterogéneo de preferencia se analizan en duplicado para obtener un resultado más confiable.

5.2 Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida.

5.2.1 Agua destilada o desmineralizada (de pureza equivalente), baja en materia orgánica. La calidad del agua es de gran importancia para la precisión de los resultados. Verificar la calidad del agua corriendo blancos sin llegar a ebullición, pero exactamente como se analiza la muestra. Considerar los registros del consumo de la solución de sulfato de amonio y hierro(II) en los blancos, si hay una diferencia de más de 0.5 mL de dicha solución indica deficiencia en la calidad del agua. Para determinaciones de DQO en muestras que presentan valores menores de 100 mg/L la diferencia entre los blancos no debería exceder 0.2 mL. La calidad del agua destilada puede mejorarse destilándola nuevamente a partir de una solución de dicromato de potasio o permanganato de potasio, utilizando equipo para destilación totalmente de vidrio.

5.2.2 Ácido sulfúrico concentrado

5.2.3 Solución estándar de dicromato de potasio, 0.0417 M. Disolver 12.259 g de $K_2Cr_2O_7$ grado patrón primario, previamente secado a 150 °C durante 2 h, o a la temperatura que indique las especificaciones técnicas del reactivo, en agua destilada y diluir a 1 000 mL en balón aforado clase A.

5.2.4 Reactivo sulfato de plata-ácido sulfúrico. Adicionar Ag_2SO_4 grado reactivo, en cristales o en polvo, a H_2SO_4 concentrado, en una proporción de 5.5 g de Ag_2SO_4 por 1 kg de H_2SO_4 . Dejar reposar de 1 a 2 días para disolver el Ag_2SO_4 .

5.2.5 Solución indicadora de ferroína. Disolver 1.485 g de de 1,10-fenantrolina monohidrato y 695 mg de sulfato ferroso heptahidrato ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) en agua destilada y diluir a 100 mL.

5.2.6 Solución tituladora estándar de sulfato de amonio y hierro(II) [$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] (SAF) aproximadamente 0.25 M. Disolver 98 g de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ en agua destilada. Adicionar 20 mL de H_2SO_4 concentrado, enfriar y diluir a 1 000 mL con agua destilada en un balón aforado clase A. La solución debe ser estandarizada diariamente con solución estándar de $K_2Cr_2O_7$, siguiendo el procedimiento que se indica a continuación:

a) Diluir 25.0 mL de solución estándar de $K_2Cr_2O_7$ en agua destilada hasta completar 100 mL, adicionar 30 mL de H_2SO_4 concentrado, enfriar y titular con solución valorante SAF, utilizar de 0.10 mL a 0.15 mL (2 a 3 gotas) de indicador ferroína.

b) La molaridad de la solución SAF se calcula a partir de la estequiometría de la reacción del inciso 5.1 en la siguiente forma:

$$M = \frac{V_1 \times 0.04167 \text{ mol } Cr_2O_7^{2-} \times 6 \text{ mol } Fe^{2+} \times 1 \text{ mol SAF}}{1 \text{ L} \times 1 \text{ mol } Cr_2O_7^{2-} \times 1 \text{ mol } Fe^{2+}} = 0.25 \times \frac{V_1}{V_2} \text{ (mol SAF/L)}$$

en donde:

M = Molaridad de la solución SAF

V_1 = Volumen de la solución titulada 0.0417 M de $K_2Cr_2O_7$, en mililitros

V_2 = Volumen de la solución SAF utilizada en la titulación, en mililitros.

5.2.7 Sulfato-mercúrico, $HgSO_4$, en cristales o en polvo.

5.2.8 Ácido sulfámico. Utilizar únicamente cuando es necesario eliminar la interferencia de nitrato, véase el numeral 4.4.3.

5.2.9 Ftalato ácido de potasio estándar ($C_8H_5KO_4$). Pulverizar y secar a 120 °C o a la temperatura que indiquen las especificaciones técnicas del reactivo, durante 2 h, hasta lograr un peso constante. Disolver 425 mg de $C_8H_5KO_4$ en agua destilada y diluir a 1 000 mL en un balón aforado clase A. El $C_8H_5KO_4$ tiene una DQO teórica de 1.176 mg/mg O_2 y esta solución tiene una DQO teórica de 500 mg/L O_2 . Esta solución es estable en refrigeración a 4 °C al menos una semana, en ausencia de crecimiento biológico visible.

5.3 Aparatos y materiales

5.3.1 Aparato de reflujo:

a) Erlenmeyer o balón de 250 mL ó 500 mL, con cuello esmerilado el equipo nuevo se debe limpiar corriendo un blanco. Para la limpieza del equipo no utilizar detergente, enjuagar con abundante agua destilada después de usarlo.

b) Condensador Liebig, West o equivalente con unión esmerilada.

c) Hornilla eléctrica, con potencia suficiente para producir una superficie de calentamiento mínima de 1.4 W/cm² o equivalente.

d) Núcleos de ebullición de vidrio.

e) Pipetas clase A.

5.4 Procedimiento

5.4.1 Procedimiento para muestras con una DQO mayor de 50 mg/L O_2 :

a) Agitar la muestra para homogeneizarla si es necesario. Medir con pipeta exactamente 50.0 mL de muestra y agregarlos a un erlenmeyer o balón de 250 mL ó 500 mL. Cuando la muestra tenga una DQO mayor de 900 mg/L O_2 , preparar una dilución de la muestra a un volumen final de 50.0 mL.

b) Agregar 1 g de $HgSO_4$, varios núcleos de ebullición de vidrio, y muy lentamente 5.0 mL del reactivo sulfato de plata-ácido sulfúrico, mezclar hasta disolver el $HgSO_4$. Para evitar posibles pérdidas de material volátil, cuando se está mezclando se debe enfriar el erlenmeyer. Luego, agregar 25.0 mL de la solución 0.0417 M de $K_2Cr_2O_7$ y mezclar.

c) Unir el erlenmeyer al condensador, hacer circular agua, luego agregar 70 mL del reactivo sulfato de plata-ácido sulfúrico a través del extremo abierto del condensador. Agitar suavemente con movimiento circular al adicionar y homogeneizar la solución.

Precaución: La mezcla de reflujo se debe homogeneizar cuidadosamente antes de aplicar calor, para prevenir un calentamiento localizado en el fondo del erlenmeyer y una posible reacción explosiva.

d) Cerrar el extremo abierto del condensador con un vaso de precipitados pequeño, para prevenir la presencia de materia extraña en la mezcla de reflujo. Conectar la hornilla eléctrica y dejar en reflujo por un período de 2 h. La temperatura de la mezcla de reacción debe ser 148 °C ± 3 °C. La reacción de la mezcla se realiza en una ebullición suave, no violenta y sin salpicar. Si la ebullición es violenta hay indicio de sobrecalentamiento local de la solución, lo que puede dar resultados equivocados. La ebullición violenta puede ocurrir por sobrecalentamiento o por ineficiencia de los núcleos de ebullición.

e) Enfriar la mezcla de reflujo, lavar la parte baja del condensador de reflujo con agua destilada, desconectar el condensador y diluir la mezcla con agua destilada a aproximadamente el doble de su volumen.

f) Enfriar la mezcla diluida y titular el exceso de $K_2Cr_2O_7$ con solución SAF, usando de 0.10 mL a 0.15 mL (2 a 3 gotas) de indicador de ferroína. Aunque la cantidad de indicador de ferroína no es crítica, se debe utilizar el mismo volumen para todas las titulaciones. Se toma como punto final de la titulación el primer cambio bien definido del color azul-verde a café-rojizo, que persista por un minuto o más; el color azul-verde puede reaparecer.

Las determinaciones en duplicado deberán concordar dentro de un 5 % de su valor promedio. Las muestras con sólidos suspendidos o componentes que sean lentos para oxidarse pueden requerir determinaciones adicionales.

g) Siguiendo el procedimiento indicado en los incisos anteriores, refluir y titular un blanco de agua destilada y una muestra control. Véase numeral 5.2.9 para preparación de muestra control.

5.4.2 Procedimiento alterno para muestras con una DQO baja. Seguir el procedimiento indicado en el numeral 5.4.1, con las excepciones siguientes:

a) Utilizar una solución estándar de $K_2Cr_2O_7$ 0.00417 M

b) Utilizar una solución SAF 0.025 M

c) Utilizar en la ecuación 5.2.6 b la constante 0.025, en lugar de 0.25.

Nota 1. Con este procedimiento ser muy cuidadoso, pues aún trazas de materia orgánica en la cristalería o provenientes de la atmósfera pueden causar errores considerables.

Si se requiere una mayor sensibilidad, se concentra un volumen mayor de muestra antes de la digestión con reflujo, de la manera siguiente:

a) A un volumen de muestra mayor de 50 mL, agregar todos los reactivos indicados en el procedimiento descrito en el numeral 5.4.1 y luego reducir el volumen total a 150 mL, poniendo a ebullicir la mezcla en el erlenmeyer (de reflujo), abierto a la atmósfera y sin el condensador conectado.

Nota 2. La cantidad de $HgSO_4$ que se utiliza se calcula sobre la base de la relación en masa de $HgSO_4$:Cl⁻ en la proporción de 10:1. Utilizar la cantidad de Cl⁻ presente en el volumen original de la muestra.

b) Después de concentrar la muestra, analizarla siguiendo el procedimiento indicado en el numeral 5.4.1.

c) Siguiendo el procedimiento indicado en los incisos anteriores, concentrar y analizar un blanco.

5.4.3 Evaluación del método. El método de ensayo y la calidad de los reactivos se evalúan a través de la determinación de la DQO de una solución estándar de $C_8H_5KO_4$ preparada según inciso 5.2.9. El procedimiento experimental es satisfactorio si el resultado de la prueba del control corresponde al menos en un 96 % del valor teórico.

5.5 Cálculos. La DQO en la muestra se calcula empleando la fórmula siguiente:

$$DQO \text{ (mg/L } O_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{V}$$



en donde:

A = Volumen de solución SAF usado con el blanco, en mililitros
B = Volumen de solución SAF usado con la muestra, en mililitros
M = Molaridad de la solución SAF
V = Volumen de muestra, en mililitros
8 000 = peso miliequivalente de oxígeno x 1 000 mg/L.

5.6 Precisión y desviación.

Un grupo de muestras sintéticas preparadas con $C_8H_5KO_4$ y cloruro de sodio (NaCl) fueron analizadas por setenta y cuatro laboratorios, obteniéndose los resultados siguientes:

- Para una DQO de 200 mg/L O_2 en ausencia de cloruro la desviación fue de ± 13 mg/L (coeficiente de variación 6.5 %).
- Para una DQO de 160 mg/L O_2 y 100 mg/L Cl⁻ la desviación estándar fue de ± 14 mg/L (coeficiente de variación, 10.8 %).

6. Método titrimétrico de reflujo cerrado

6.1 Principio del método, véase el numeral 5.1

6.2 Interferencias y limitaciones, véase el numeral 4.4

6.2.1 Los compuestos orgánicos volátiles son oxidados de mejor manera en el sistema de reflujo cerrado, debido a que la muestra tiene contacto más prolongado con el oxidante.

6.2.2 Los tapones de los tubos de reacción deben revisarse antes de usarse, para determinar la presencia o ausencia de grietas en el recubrimiento interior.

6.3 Reactivos

6.3.1 Ácido sulfúrico concentrado

6.3.2 Ácido sulfúrico al 20 % (v/v).

6.3.3 Solución estándar para digestión, 0.01667 M, de $K_2Cr_2O_7$. Pesar 4.903 g de $K_2Cr_2O_7$ grado estándar primario, previamente secado a 150 °C durante 2 h, o a la temperatura que indiquen las especificaciones técnicas del reactivo, agregar aproximadamente 500 mL de agua destilada, 167 mL de H_2SO_4 concentrado (tener precaución) y 33.3 g de $HgSO_4$. Disolver, enfriar a temperatura ambiente y diluir con agua destilada a 1 L en un balón aforado clase A.

6.3.4 Reactivo sulfato de plata-ácido sulfúrico, véase el numeral 5.2.4.

6.3.5 Solución indicadora de ferroína, véase el numeral 5.2.5.

6.3.6 Solución tituladora estándar, aproximadamente 0.10 M de SAF. Disolver 39.2 g SAF en agua destilada, adicionar 20 mL de H_2SO_4 concentrado (precaución), enfriar y diluir a 1 L en agua destilada. La solución debe ser estandarizada cada día que se utiliza con solución estándar de digestión de $K_2Cr_2O_7$, siguiendo el procedimiento que se indica a continuación:

a) A un tubo de reacción conteniendo un volumen de agua destilada equivalente al volumen de muestra indicada en el cuadro 3, agregar la solución estándar de $K_2Cr_2O_7$ y el reactivo sulfato de plata-ácido sulfúrico de acuerdo a lo indicado en el mismo cuadro. Enfriar a temperatura ambiente, agregar de 0.05 mL a 0.10 mL (1 a 2 gotas) de indicador de ferroína y valorar con solución tituladora SAF.

b) La molaridad de la solución SAF se calcula a partir de la estequiometría de la reacción del inciso 5.1 en la siguiente forma:

$$M = \frac{V_1 \times 0.01667 \text{ mol } Cr_2O_7^{2-}}{1L} \times \frac{6 \text{ mol } Fe^{2+}}{1 \text{ mol } Cr_2O_7^{2-}} \times \frac{1 \text{ mol SAF}}{1 \text{ mol } Fe^{2+}} = 0.10 \times \frac{V_1}{V_2} (\text{mol SAF/L})$$

en donde:

M = Molaridad de la solución SAF

V_1 = Volumen de la solución titulada 0.01667 M de $K_2Cr_2O_7$, en mililitros

V_2 = Volumen de la solución SAF usado en la titulación, en mililitros.

6.3.7 Ácido sulfámico, véase el numeral 5.2.8

6.3.8 Ftalato ácido de potasio estándar, véase numeral 5.2.9

Cuadro 3. Tamaño de muestra y cantidades de reactivos para varios recipientes de digestión

Tamaño de los recipientes de digestión	Tamaño de la muestra (mL)	Solución estándar de digestión de $K_2Cr_2O_7$ (mL)	Reactivo sulfato de plata-ácido sulfúrico (mL)	Volumen final total (mL)
16 mm x 100 mm	2.5	1.5	3.5	7.5
20 mm x 150 mm	5.0	3.0	7.0	15.0
25 mm x 150 mm	10.0	6.0	14.0	30.0
Tubos sellables de 10 mL	2.5	1.5	3.5	7.5

6.4 Aparatos y materiales

6.4.1 Recipientes de digestión. De preferencia utilizar tubos de ensayo o reacción de borosilicato de 16 mm x 100 mm, 20 mm x 150 mm ó 25 mm x 150 mm, resistentes a una temperatura de 148 °C $\pm$ 3 °C, con tapón de rosca y recubrimiento interior de teflón. Alternativamente, utilizar tubos sellables de borosilicato de 10 mL de capacidad y de preferencia con un diámetro de 19 mm a 20 mm.

6.4.2 Plancha de calentamiento, con dispositivo para operar a 148 °C $\pm$ 3 °C, con un espesor que garantice que la solución quede inmersa en la plancha y agujeros hechos a la medida de los tubos de reacción o de las ampollas estándar.

Nota 3. No use horno por la posibilidad de derrame de muestras generando una atmósfera corrosiva y posiblemente explosiva. Además, las tapaderas de los tubos de ensayo pueden no soportar la temperatura de 150 °C en el horno.

6.4.3 Sellador de ampollas. Se utilizan únicamente selladores mecánicos, para asegurar sellos fuertes y consistentes.

6.4.4 Careta protectora y guantes resistentes al calor.

6.4.5 Agitador magnético y barra magnética cubierta de teflón adecuada para el diámetro interno del tubo.

6.4.6 Microbureta.

6.5 Procedimiento

6.5.1 Lavar los tubos de ensayo y las tapaderas con H_2SO_4 al 20 % (v/v) antes de su primer uso para prevenir contaminación.

6.5.2 Referirse al Cuadro 3 para volúmenes apropiados de muestra y reactivo. Hacer mediciones volumétricas exactas, utilizar cristalería y equipo clase A. Los volúmenes más críticos son los de la muestra y la solución estándar de $K_2Cr_2O_7$. Utilizar una microbureta para titulación. Medir H_2SO_4 hasta ± 0.1 mL. El uso de micropipetas con puntas de polietileno es práctico y adecuado.

6.5.3 Colocar la muestra en tubos de ensayo o ampollas y agregar la solución para digestión. Cuidadosamente agregar H_2SO_4 concentrado por las paredes del recipiente para que se forme una capa de ácido bajo la capa de solución digestión-muestra. Cerrar los tubos firmemente o sellar las ampollas, mezclar por inversión varias veces.

Nota 4. Cuando los contenidos en los recipientes se mezclan, utilizar careta protectora y protegerse las manos del calor producido. Mezclar por completo antes de aplicarles calor para prevenir calentamiento local en el fondo del recipiente y una posible reacción explosiva.

6.5.4 Colocar los tubos o las ampollas en la plancha de calentamiento en bloque precalentado a 148 °C $\pm$ 3 °C y refluir por 2 h dentro de una campana de extracción.

Nota 5. Estos recipientes sellados pueden estar bajo presión por los gases generados durante la digestión, debe utilizarse protección para cara y manos cuando se estén manipulando. Si el H_2SO_4 se reduce en su concentración o se omite, se producirán altas presiones a 150 °C, que pueden ser peligrosas.

6.5.5 Enfriar a temperatura ambiente y colocar los tubos de reacción en una gradilla. Se puede precipitar algo de sulfato mercúrico pero esto no afectará el análisis. Remover las tapaderas de los tubos de ensayo y agregar pequeñas barras magnéticas de agitación.

6.5.6 Si se utilizan ampollas, transferir los contenidos a un recipiente más grande para su valoración. Agregar de 0.05 mL a 0.10 mL (1 a 2 gotas) de indicador de ferroína y agitar adecuadamente mientras se titula con SAF estandarizado 0.10 M. El punto final es un cambio brusco de color de azul-verde a café rojizo, aunque el azul-verde puede reaparecer en minutos.

6.5.7 Siguiendo el procedimiento indicado en los incisos anteriores, refluir y titular un blanco de agua destilada y una muestra control, referirse al numeral 5.2.9, conteniendo la misma cantidad de reactivos.

6.6 Cálculos

Calcular la DQO en la muestra empleando la fórmula siguiente:

$$DQO (\text{mg/L } O_2) = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{V}$$

en donde:

A = Volumen de solución SAF usado con el blanco, en mililitros

B = Volumen de solución SAF usado con la muestra, en mililitros

M = Molaridad de la solución SAF

V = Volumen de muestra, en mililitros

8 000 = peso miliequivalente de oxígeno x 1 000 mg/L.

6.7 Precisión y desviación, basado en la correspondencia 8.2

Seisenta muestras sintéticas preparadas con $C_8H_5KO_4$ y NaCl fueron analizadas por seis laboratorios, obteniendo los resultados siguientes:

a) A una DQO promedio de 195 mg/L O₂ en ausencia de cloruro, la desviación estándar fue de ± 11 mg/L O₂ (coeficiente de variación, 5.6 %).

b) A una DQO promedio de 208 mg/L O₂ y 100 mg/L Cl⁻, la desviación estándar fue de ± 10 mg/L O₂ (coeficiente de variación, 4.8 %).

7. Método colorimétrico de reflujo cerrado

7.1 Principio del método, referirse al numeral 5.1.

Cuando una muestra es digerida, el ion dicromato (Cr₂O₇²⁻) oxida el material de DQO en la muestra. Esto da como resultado un cambio en el estado de oxidación del cromo, de hexavalente (VI) a trivalente (III). Ambas especies de cromo son coloreadas y absorben en la región visible del espectro. El Cr₂O₇²⁻ absorbe fuertemente en la región de los 400 nm, donde la absorción del ion crómico (Cr³⁺) es mucho menor. El Cr³⁺ absorbe fuertemente en la región de los 600 nm, donde el Cr₂O₇²⁻ tiene casi cero de absorción. En solución de H₂SO₄ 9 M, los coeficientes de extinción molares aproximados para estas especies del cromo son como sigue: Cr³⁺ 50 L/mol-cm a 604 nm; Cr₂O₇²⁻ 380 L/mol-cm a 444 nm; Cr³⁺ 25 L/mol-cm a 426 nm. El ion Cr³⁺ tiene un mínimo en la región de los 400 nm. Además, tiene una absorción máxima a 420 nm.

Para valores de DQO entre 100 y 900 mg/L, se determina el aumento del Cr³⁺ en la región de los 600 nm. Valores más altos pueden ser obtenidos por medio de la dilución de la muestra. Los valores de DQO de 90 mg/L o menos pueden ser determinados siguiendo la disminución en el Cr₂O₇²⁻ a 420 nm. La correspondiente generación de Cr³⁺ da un pequeño aumento en la absorción a 420 nm, pero esto es compensado en el procedimiento de calibración.

7.2 Interferencias y limitaciones, referirse al numeral 4.4

7.3 Reactivos

7.3.1 Solución estándar para digestión: pesar 10.216 g de K₂Cr₂O₇ grado estándar primario, previamente secado a 150 °C durante 2 h, o a la temperatura que indique las especificaciones técnicas del reactivo. Agregar 100 mL de agua destilada, 167 mL de H₂SO₄ concentrado (precaución) y 33.3 g de HgSO₄, disolver, enfriar a temperatura ambiente y diluir con agua destilada a 1 L en un balón aferado clase A.

7.3.2 Reactivo sulfato de plata-ácido sulfúrico, véase el numeral 5.2.4.

7.3.3 Ácido sulfámico, véase el numeral 5.2.8.

7.3.4 Ftalato ácido de potasio estándar, véase el numeral 5.2.9.

Nota 6. Estas soluciones pueden adquirirse comercialmente.

7.4 Aparatos y materiales.

7.4.1 Recipientes de digestión, véase el numeral 6.4.1.

7.4.2 Plancha de calentamiento, véase el numeral 6.4.2.

7.4.3 Sellador de ampollas, véase el numeral 6.4.3.

7.4.4 Careta protectora y guantes resistentes al calor.

7.4.5 Espectrofotómetro. Para ser usado a 600 nm y 420 nm, con acceso a adaptador abierto para los recipientes de reacción.

7.5 Procedimiento.

7.5.1 Tratamiento de las muestras:

a) Determinar el volumen de muestra y de reactivos necesarios de acuerdo a lo indicado en el cuadro 3.

b) Preparar, digerir y enfriar las muestras, el blanco y uno o más de los estándares, siguiendo el procedimiento indicado en el numeral 6.5.

Nota 7. Estas soluciones pueden adquirirse comercialmente.

7.5.2 Medición de la reducción del ion Cr₂O₇²⁻:

a) Enfriar lentamente las muestras a temperatura ambiente para evitar la formación de precipitado. Mezclar suavemente el contenido de los recipientes de reacción para combinar el agua condensada y la materia insoluble. Dejar que la materia suspendida sedimente y asegurarse de que las vías ópticas estén claras.

b) Introducir dentro del espectrofotómetro, a través de la ventana de acceso, las ampollas o los tubos de reacción sin abrir, teniendo cuidado de que estén colocados en la trayectoria de la luz.

c) Leer la absorbancia de las muestras en un espectrofotómetro a la longitud de onda seleccionada (420 nm ó 600 nm). A 600 nm usar un blanco no digerido como solución de referencia. Analizar un blanco digerido para confirmar que los reactivos analíticos estén bien y para determinar la DQO del blanco. Alternativamente, usar el blanco digerido como solución de referencia una vez establecido que tiene una baja DQO.

A 420 nm, usar agua como solución de referencia. Medir todas las muestras, blancos y estándares contra esta solución. Las mediciones de absorción de un blanco no digerido que contenga dicromato, con agua destilada en lugar de la muestra, dará la absorción de dicromato inicial; cualquier muestra digerida, blanco o estándar que tenga un valor de DQO dará una absorción menor debido a la disminución del ion

dicromato. Analizar un blanco digerido con agua en lugar de la muestra para asegurarse de la calidad del reactivo y para determinar la contribución de los reactivos a la disminución de la absorción durante una digestión dada. La diferencia entre las absorbancias de una muestra digerida dada y el blanco digerido es una medida de la DQO de la muestra. Cuando se corren los estándares, graficar las diferencias entre las absorbancias de los blancos digeridos y de los estándares digeridos versus los valores de DQO para cada estándar.

Nota 8. Para tener una mayor sensibilidad, deben utilizarse tubos de reacción o ampollas ajustados ópticamente; deben descartarse recipientes que estén rayados o defectuosos.

7.5.3 Preparación de la curva de calibración. Se utilizan los mismos volúmenes de reactivos, tamaño de los tubos de reacción o de las ampollas y el mismo procedimiento de digestión utilizado con las muestras:

a) Preparar al menos cinco estándares de solución de C₆H₅KO₄ con equivalentes de DQO para cubrir cada rango de concentración, dependiendo de la longitud de onda de trabajo.

b) Se deben preparar curvas de calibración para cada lote nuevo de tubos de reacción o ampollas, o cuando los estándares preparados de acuerdo a lo indicado en el numeral 7.5.1 difieren en ± 5 % de la curva de calibración.

Nota 9. Las curvas deben ser lineales. Sin embargo, puede ocurrir alguna no linealidad, dependiendo de los instrumentos utilizados y de toda la exactitud necesaria.

7.6 Cálculos

Calcular la DQO en la muestra con la fórmula siguiente:

$$DQO (mg/L O_2) = \frac{M \times 1000}{V}$$

en donde:

M = Masa de oxígeno en el volumen final, en miligramos

V = Volumen de muestra, en mililitros

1 000 = Factor de conversión de mililitros a litros.

7.7 Precisión y desviación, basado en la correspondencia 8.2

Cuarenta y ocho muestras sintéticas preparadas con C₆H₅KO₄ y NaCl fueron analizadas por cinco laboratorios, obteniéndose los resultados siguientes:

a) A una DQO promedio de 193 mg/L O₂ en ausencia de cloruro, la desviación estándar fue de ± 17 mg/L O₂ (coeficiente de variación 8.7 %).

b) A una DQO promedio de 212 mg/L O₂ y 100 mg/L Cl⁻, la desviación estándar fue de ± 20 mg/L O₂ (coeficiente de variación 9.6 %).

De igual manera en Guatemala se trabajaron treinta muestras sintéticas preparadas con C₆H₅KO₄ y una DQO teórica de 1 000 mg/L. Estas fueron analizadas por catorce laboratorios, obteniéndose los resultados siguientes:

A una DQO promedio de 1 026 mg/L O₂ en ausencia de cloruro, la desviación estándar fue de ± 33 mg/L O₂, desviación estándar relativa de 3 (coeficiente de variación 3.2 %).

8. Correspondencia

8.1 Association of Official Analytical Chemists -AOAC-. 1995. Official Method 973.46. Chemical Oxygen Demand (COD) of Water. 16th edition.

8.2 APHA, AWWA and WEF. 1998. Standard Methods for the Analysis of Water and Wastewater. 20th edition. 5220. Determination of Chemical Oxygen Demand (COD).

8.3 COGUANOR. 1997. NGO 29 014 h8:97. Aguas. Determinación de Constituyentes Orgánicos. Demanda Química de Oxígeno (DQO).

8.4 International Organization for Standardization -ISO-. 1989. ISO 6060. Water Quality - Determination of the Chemical Oxygen Demand. 2nd edition.

9. Anexos

Anexo 1. Metodología sugerida para el tratamiento de residuos que contienen cromo (III). Método Flinn.

Materiales

- Guantes resistentes a productos químicos
- Bata de laboratorio resistente a productos químicos
- Lentes protectores de seguridad o protector de rostro
- Campana de extracción de gases
- Solución de cloruro de hierro III (FeCl₃) 1 M
- Carbonato de sodio (Na₂CO₃)
- Solución de tiosulfato de sodio (Na₂S₂O₃) al 50 %





MINISTERIO DE ECONOMÍA

- Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 3 M
- Solución de ácido clorhídrico (HCl) 6 M
- Sulfuro de sodio (Na_2S) o tioacetamida (CH_3CSNH_2)
- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 3 M
- Vaso de precipitados grande de vidrio
- Varilla de vidrio para agitación
- Papel indicador de pH
- Aparato para filtración (opcional)
- Recipiente plástico con tapadera de rosca (el tamaño dependerá de la cantidad de material)

Procedimiento

1. Este método es aplicable solamente a pequeñas cantidades de agentes oxidantes de laboratorio. Se recomienda experimentar con una pequeña porción del material a tratar antes de aplicarlo a todo. Agregue la sustancia a un gran exceso de solución al 50 % de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (equivalente al doble de volumen de la sustancia), utilizando agitación constante.

2. Agregue H_2SO_4 3 M mientras agita, hasta alcanzar un pH en el rango de 2 a 3. Verificar con papel indicador de pH. Un incremento en la temperatura indicará que la reacción se está llevando a cabo. Agregue más H_2SO_4 3 M según sea necesario para lograr el incremento de temperatura. Dejar la mezcla en reposo por 1 h.

3. Si se observa la aparición de algún sólido, éste debe ser disuelto agregando HCl 6 M.

4. Agregar Na_2S ó CH_3CSNH_2 en una cantidad triple molar de exceso, y agitar ocasionalmente por una hora. La expresión "triple molar de exceso" significa que se deben utilizar al menos 3 veces los moles de reactivo equivalentes a la cantidad mínima calculada de moles de compuesto a desechar. Esto se hace para asegurar que ocurra la conversión completa de la sustancia y para acelerar la velocidad de conversión.

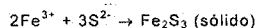
5. Ajustar el pH a neutro con la solución 3 M de NaOH , verificando con el papel pH, hasta completar la precipitación del metal sulfurado.

6. Separar el sulfuro por decantación o filtración y dejar que llegue a sequedad.

7. Colocar el sulfuro metálico en un recipiente plástico de tamaño adecuado y enterrar en un relleno sanitario aprobado para este tipo de desecho.

8. El líquido sobrante posiblemente contenga un exceso de ion sulfuro, por lo que deberá tratarse como se indica en los siguientes pasos.

9. En un vaso de precipitados grande colocar la solución de cloruro férrico en una cantidad que equivaiga a tres veces el volumen teórico calculado, según la reacción siguiente:



Agregarle lentamente y con agitación continua el líquido sobrante del inciso 8. Se formará un precipitado.

10. Neutralizar la solución con carbonato de sodio, utilizando papel indicador de pH para verificación.

11. Esperar a que el precipitado se asiente y decantar el líquido sobrenadante o separar por filtración.

12. Descartar la solución neutralizada por el drenaje aplicando un gran exceso de agua.

13. Esperar a que el precipitado esté seco y descartar en un relleno sanitario aprobado para este tipo de desecho.

Tomado de: Flinn Chemical Catalog Reference Manual 1995. Flinn Scientific. USA. pp. 646-647 y 666-667.

Anexo 2. Métodos alternativos para manejo de otros residuos de laboratorio**Cromatos y dicromatos**

Se mezclan con exceso de sulfito de sodio (Na_2SO_3) sólido, luego se adiciona agua con agitación y después de 3 a 4 horas se agrega con cuidado una pequeña cantidad de H_2SO_4 diluido. Cuando todo el cromo

está como Cr^{3+} se adiciona NaOH para que precipite como hidróxido. Se filtra y al filtrado se agrega Na_2SO_3 y luego NaOH para asegurarse de tener todo el cromo en forma insoluble. El precipitado de cromo se filtra, se seca al aire y se guarda en recipientes de polietileno. Se deposita en un sitio previamente autorizado.

Mercurio elemental y compuestos

El mercurio metálico se mezcla con azufre en polvo y se agita para que se forme sulfuro de mercurio(II) (HgS). Los compuestos de Hg se vierten sobre un exceso de solución de NaOH 5 % y luego se agrega solución de Na_2S 10 % a 20 %. Se filtra el precipitado de HgS y se seca al aire. Se guarda en recipientes herméticos de vidrio, que se introducen, rodeados de arena, en recipientes de polietileno para depositarlos en sitios autorizados.

Tomado de: Vega, J.C. Manejo de Residuos de la Industria Química y Afín. 1999. Ediciones Universidad Católica de Chile. Alfaomega. 167 p.

-----ÚLTIMA LÍNEA-----

(E-656-2005)-24-octubre