



MÉTODO ANALÍTICO DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA EN AGUA POR OXIDACIÓN CON PERMANGANATO EN UN MEDIO NEUTRO.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-59

Versión: 01

Revisó: Sub. Planeación y O.T.

Aprobó: Sub. Planeación y O.T.

Fecha: 19 de Noviembre del 2019

Fecha: 19 de Noviembre del 2019

Resolución: 300-03-10-23-1429-2019

Páginas: 1 de 6

1. DESCRIPCIÓN

La materia orgánica es toda clase de sustancia que involucra dentro de su estructura molecular el carbono, en el estudio ambiental hace referencia a dos tipos: a) la de origen viviente, que comprende todos los residuos y desechos provenientes de organismos vivos, incluso los mismos organismos; y b) la de origen antrópico, en la que entran todas las sustancias sintetizadas por el hombre a través de procesos industriales (Invemar ag 83).

Esta tiene papeles importantes en el tratamiento de aguas y aguas residuales. Es uno de los principales contaminantes que produce subproductos nocivos con oxidantes, aumenta los costos químicos y deteriora la calidad del agua del producto en la red de reticulación (Shon H. K. et al)

El interés en la determinación de la concentración de materia orgánica radica en que este parámetro se usa como indicador de calidad del agua cruda destinada a tratamiento de potabilización y como indicador de la materia orgánica que permanece remanente después de los procesos destinados a su eliminación durante el proceso de potabilización (Chamorro, 2010).

2. ALCANCE

Este método para la determinación de materia orgánica es aplicable a todo tipo de aguas naturales, especialmente marinas y de ríos (superficiales), con bajo contenido de materia orgánica.

3. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

3.1 Principio

El método se basa en la oxidación de reintegradores (recuperadores) orgánicos, los cuales están en las aguas, bajo condiciones especiales por oxidadores químicos activos. El valor de la oxidación gastado y se

expresa por el número miligramos de oxígeno, el cual es necesario para oxidar las sustancias en un litro de agua (mg O/L).

La muestra de agua se trata con permanganato de potasio hirviéndola. Los restos del permanganato después de la oxidación de la materia orgánica, se determinan por titulación inversa, eliminando el resto de permanganato con yoduro de potasio; la cantidad de yodo libre que se libera que equivale a KMnO_4 , se titula con solución de tiosulfato. Así, la cantidad de permanganato (en equivalentes de oxígeno) que se ha gastado para la oxidación de la materia orgánica en la muestra se calcula por diferencia de volúmenes de la solución de tiosulfato, gastado en la titulación de todo el volumen de KMnO_4 y del tiosulfato gastado en la titulación de KMnO_4 restante después de la oxidación de la materia orgánica.

3.2 Interferencias

No reportadas.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

La recolección de las muestras se hace en botella de vidrio esmerilado o recipiente plástico de 500mL de capacidad. Las botellas con el agua en estudio se llenan en el sitio de muestreo, hasta que rebosen y se cierran sin dejar burbujas.

Es necesario realizar el análisis cuanto antes; sin embargo, si esto no es posible, las botellas se deben guardar congeladas a -20 °C.

5. INSTRUMENTAL Y EQUIPOS

- Autoclave.
- Incubadora.
- Cámara de UV.
- Sellador Quanti Tray.
- Porta dispositivo de goma.
- Dispositivo Quanti Tray.
- Cabina de flujo laminar horizontal.
- Mechero.
- Probeta de 100mL.
- Micropipetas volumétricas de 1000 μL y 10mL.
- Frascos plásticos o de vidrio 150-200mL.

6. REACTIVOS

- Solución de permanganato de potasio.
- Ácido sulfúrico – H₂SO₄.
- Tiosulfato de sodio.
- Yoduro de potasio tasado.

7. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Solución de permanganato de potasio (KMnO₄) 0,02 N: se miden 0,32 g de permanganato de potasio, químicamente puro, se coloca en un envase de 500 mL y se disminuye con agua destilada, llenando hasta el nivel dado. La solución debe conservarse en un lugar oscuro durante 10 días, luego se pasa a un envase de vidrio oscuro y con una tapa lisa ajustada.

Ácido sulfúrico 1:3: este se prepara a partir de ácido sulfúrico concentrado adicionando 100 mL de ácido a 300 mL de agua destilada.

Tiosulfato de sodio 0,025N (titulante): 6,205 g de Na₂S₂O₃.5H₂O disuelto en agua destilada. Añadir 1,5 mL de NaOH (0,4 g de NaOH) diluir a 1 L. Este reactivo tiene que estandarizarse para comprobar su concentración, para estandarizarlo se toman 10 mL de dicromato de potasio 0,025N, 150 mL de agua destilada, 2 g de yoduro de potasio, 0,5 mL de ácido sulfúrico concentrado, se deja reposar 5 minutos en la oscuridad y luego se titula con tiosulfato de sodio hasta coloración transparente, la normalidad del tiosulfato de sodio se calcula con la siguiente formula: N = 10x0,025/volumen gastado, donde el 0,025 corresponde a la normalidad del dicromato de potasio, este ensayo se debe hacer tres (3) veces y promediar los resultado.

8. PROCEDIMIENTO

- En un Erlenmeyer añade 100 mL de muestra medida con una pipeta y 10 mL de solución de KMnO₄ de 0,02N.
- Cerrar la boca del Erlenmeyer con un condensador y colocarlo en un calentador.
- El comienzo de la cocción se puede fijar cuando aparezcan las primeras burbujas de vapor, que se desprenderán del fondo. Dejar la muestra hervir por 10 minutos. La cocción deberá ser balanceada, sin movimientos bruscos y rociamiento, en último caso es necesario es necesario disminuir el calor o colocar una red de manianto.

- Cuando termine de hervir se separa el Erlenmeyer del calentador y se coloca en una cubeta para su enfriamiento, el cual se prolongará 30 minutos.
- Después de enfriado se añaden 0,5 g de yoduro de potasio tasado (o 5 mL de la solución al 10%) y 5 mL de solución de ácido sulfúrico (1:3). El contenido del Erlenmeyer se agita bien.
- Llevar al titulador automático y titular con solución de tiosulfato de sodio 0,025N.

9. ALGORITMOS

Añadir 100 mL de muestra en un Erlenmeyer purificado y 10mL de solución de KMnO₄ de 0,02N.

Cerrar la boca del Erlenmeyer con un condensador y colocarlo en un calentador.

Dejar hervir la muestra por 10 minutos.

Cuando termine de hervir se separa el Erlenmeyer del calentador y se coloca en una cubeta para su enfriamiento, el cual se prolongará 30 minutos.

Después de enfriado se añaden 0,5 g de yoduro de potasio tasado y 5 mL de solución de ácido sulfúrico (1:3).

Agitar bien el contenido del Erlenmeyer.

Llevar al titulador automático y titular con solución de tiosulfato de sodio 0,025N.

10. CÁLCULOS Y RESULTADOS

La oxidación en miligramos de oxígeno sobre litro se calcula por la fórmula:

$$\text{Oxid. [mg de O/L]: } 8(a-b)NK \cdot 1000/V$$

Donde:

8 es la equivalencia del número del oxígeno.

a: el volumen de la solución de tiosulfato de sodio (corregida por el factor instrumental), utilizado en la titulación de yodo durante la determinación de la correlación de las soluciones de tiosulfato y permanganato.

b: gasto de la solución de tiosulfato (corregida por el factor instrumental) utilizado en la titulación que quedó en la quedó en la muestra de yodo después de la cocción.

K: Coeficiente de correlación de la normalidad de la solución de tiosulfato.

N: normalidad de la solución de tiosulfato.

V: volumen de la muestra.

11. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Por lote de muestras menor o igual a 20 unidades, realizar un duplicado aleatorio, donde el RPD sea $\leq 20\%$.

12. MANTENIMIENTO

El mantenimiento de los equipos implicados en el proceso de realización del método, se lleva a cabo entre 12 a 18 meses de acuerdo a lo establecido por el laboratorio.

13. BIBLIOGRAFÍA

Chamorro Ximena et al 2010. Montaje y Validación del Método de análisis por combustión y detección por infrarrojo no dispersivo para determinación de carbono orgánico total (COT) en agua. Revista Luna Azul ISSN 1909-2474. No. 30 (enero – junio 2010).

Shon H. K et al. Analytical Methods of Size Distribution for Organic Matter in Water and Wastewater.

14. CONTROL DE CAMBIOS

| Fecha | Resolución | Versión | Detalle |
|------------|-------------------|---------|---|
| 19/11/2019 | 300-03-10-23-1429 | 01 | Aprobación inicial con código y nombre D-7.2-59: MÉTODO ANALÍTICO DETERMINACIÓN DE MATERIA ORGÁNICA EN AGUA POR OXIDACIÓN CON PERMANGANATO EN UN MEDIO NEUTRO. |

Última línea-----última línea-----última línea