1. DESCRIPCIÓN

Los niveles de oxígeno disuelto (OD) en aguas naturales y residuales dependen de las actividades físicas, químicas y bioquímicas en un cuerpo de agua. El análisis de OD es una prueba clave en el control de la contaminación del agua y en el proceso de tratamiento de aguas residuales.

2. ALCANCE

Este método analítico aplica para la determinación de Oxígeno Disuelto en aguas potable, superficiales, marinas, subterráneas y residuales domésticas y no domésticas.

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

3.1 Principio

El ensayo se basa en la adición de solución de manganeso divalente, seguida de un álcali fuerte, a la muestra contenida en una botella winkler. El oxígeno disuelto oxida rápidamente una cantidad equivalente del hidróxido de manganoso divalente disperso pasando el Mn^{2+} a Mn^{4+}, el cual precipita como un óxido hidratado de color café. En presencia de iones yoduro y acidificación, el manganeso oxidado revierte al estado divalente, con la liberación del yodo equivalente al contenido original de oxígeno. El yodo es entonces titulado contra una solución valorada de tiosulfato de sodio. El punto final de la titulación se puede detectar visualmente con almidón como indicador visual o electrométricamente con un potenciómetro.

3.2 Interferencias

Es importante considerar las posibles interferencias que puedan estar presentes en la muestra. Por ejemplo, ciertos agentes oxidantes liberan yodo de los yoduros (interferencia positiva) y algunos agentes reductores reducen el yodo o yoduro (interferencia negativa). Mucha materia orgánica es oxidada parcialmente cuando el precipitado de manganeso oxidado es acidificado, causando errores negativos. La modificación del azida elimina eficazmente la interferencia de nitritos, que es la interferencia más común en efluentes tratados biológicamente

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Recoja las muestras con mucho cuidado en botellas winkler, no agite la muestra ni permita que permanezca en contacto con el aire, ya que puede cambiar su contenido gaseoso. Deje que la botella desaloje 2 ó 3 veces su volumen y tápela de nuevo para evitar la entrada de burbujas de aire. Se debe medir la temperatura inmediatamente y efectuar la fijación del oxígeno en el campo, para evitar pérdidas por acción biológica (agregando solución de sulfato manganoso, solución de álcali yoduro azida y H_2SO_4 concentrado), refrigere y proteja de la luz solar fuerte. Titule tan pronto como sea posible pero antes de las ocho horas siguientes a la fijación.

5. MATERIALES Y EQUIPOS

- Botellas Winkler de 300 mL
- Titulador automático
- Electrodo

6. REACTIVOS

- **Solución de Sulfato de Manganoso:** Disolver 480 g de $MnSO_4.4H_2O$, o 400 g de $MnSO_4.2H_2O$ o 364 g de $MnSO_4.H_2O$ en agua destilada, filtrar y diluir a un litro. La solución de $MnSO_4$ no debe dar color con el almidón cuando se adicione solución acidificada de yoduro de potasio.

- **Solución Álcali-yoduro-azida:** Disolver 10 g de NaN_3 en 500 mL de agua destilada. Adicionar 480 g de NaOH y 750 g de yoduro de sodio NaI, agitando hasta disolverlos. Habrá una turbiedad blanca debida al carbonato de sodio, pero no es perjudicial. PRECAUCION: No acidifique esta solución porque se pueden producir humos tóxicos de ácido hidroazoico.

- **Ácido Sulfúrico Concentrado:** Un mililitro es equivalente a alrededor de 3 mL de solución de álcali yoduro azida.

- **Solución de Almidón:** Disuelva 2 g de almidón soluble grado laboratorio y 0.2 g de ácido salicílico como preservante, en 100 mL de agua destilada caliente. (La preparación de la solución de almidón aplica si la titulación se realiza mediante la observación del viraje de color en la muestra titulada).

- **Solución de Tiosulfato de Sodio:** Disolver 6.205 g de $Na_2S_2O_3$ .5 H_2O en agua destilada. Adicionar 1.5 mL de NaOH 6N o 0.4 g de NaOH sólido y diluir a 1000 mL, valorar con solución de biyodato de potasio $KH(IO_3)_2$.

- **Solución de Biyodato de Potasio 0.0021 M:** Disolver 812.4 mg de $KH(IO_3)_2$ en agua destilada y diluir a 1000 mL.

  Estandarización: Disolver aproximadamente 2 g de KI, libre de yodato, en un matraz Erlenmeyer con 100 a 150 mL de agua destilada. Adicionar un mililitro de ácido sulfúrico 3M o unas cuantas gotas de ácido sulfúrico concentrado y 20 mL de solución estándar de biyodato. Diluir a 200 mL y titular con tiosulfato de sodio el yodo liberado. Cuando las soluciones son equivalentes, se requieren 20,0 mL de $Na_2S_2O_3$ 0,025 M, de lo contrario, ajustar la concentración del $Na_2S_2O_3$ a 0,025 M.

7. PROCEDIMIENTO

- A la muestra recolectada en la botella winkler adicionar 1 mL de solución de sulfato de manganoso seguido de 1 mL de solución de álcali-yoduro-azida.
- Tape el frasco y mezcle por inversión varias veces, deje en reposo hasta que el precipitado se ha asentado hasta aproximadamente la mitad del volumen del frasco.
- Adicione 1 mL de ácido sulfúrico concentrado, tape e invierta varias veces hasta disolución completa.
- Tomar un volumen correspondiente a 201 mL para corregir la pérdida por desplazamiento de los reactivos adicionados ejemplo: 200x300/(300-2) = 201 mL.
- Titular potenciométricamente (según las instrucciones del fabricante del equipo titulador) la muestra con solución de tiosulfato de sodio 0.025 N. Registrar el volumen de titulante gastado.

NOTA: Cuando se adiciona el sulfato de manganoso y el álcali yoduro azida puede ocurrir:

- $Mn^{+2} + 2OH^- +$ muestra $\rightarrow Mn(OH)_2 + H_2O$ (precipitado blanco): no hay OD
- $Mn^{+2} + 2OH^- +$ muestra $\rightarrow MnO_2 + H_2O$ (precipitado café) : si hay OD

Cuando se adiciona el ácido entonces: $MnO_2 + 2I^- + 4H^+ \rightarrow Mn^{+2} + I_2 + H_2O$ y cuando se titula con tiosulfato ocurre la siguiente reacción $2S_2O_3^{-2} + I_2 \rightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^-$

8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Para la titulación de 200 mL de muestra, 1 mL 0.025M $Na_2S_2O_3$ = 1 mg OD/L.

9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Por cada lote de 20 muestras analizadas, ejecute los siguientes controles de calidad:

- Una muestra por duplicado. DPR ≤ 20 %. Registrar los resultados en su respectiva carta de control de precisión.

10. MANTENIMIENTO

Se debe realizar una correcta limpieza del electrodo de medición después de su uso para prolongar su vida útil

11. BIBLIOGRAFÍA

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps Wc, Braunt-Howland Eb, Baxter Te. Eds. Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 24th Ed. Washington Dc: APHA PRESS;2023. Sección 4500-O C.

12. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
23/08/2022	300-03-10-23-2203	01	Aprobación inicial con código y nombre D-7.2-68: MÉTODO ANALÍTICO OXIGENO DISUELTO: MODIFICACIÓN DE AZIDA, SM 4500-O C.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	02	Se actualiza el documento para la determinación de Oxígeno Disuelto de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 4500-O C de 2022, edición 24.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	03	Se corrigió el año de publicación de la versión vigente de Standard Methods (2023).

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