



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

TÍTULO: **DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA**

CÓDIGO: **TP0086**

VERSIÓN: **05**

COPIA N°:

ELABORADO POR:

CARLOS HERNÁN RODRÍGUEZ M.
TÉCNICO QUÍMICO

REVISADO Y
ACTUALIZADO POR:

GUSTAVO ALFONSO COY
QUÍMICO

APROBADO POR:

MARTA ELENA DUQUE S.
COORDINADORA GLCA

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

1. INTRODUCCIÓN:

La Demanda Química de Oxígeno (DQO) determina la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica en una muestra de agua, bajo condiciones específicas de agente oxidante, temperatura y tiempo.

Las sustancias orgánicas e inorgánicas oxidables presentes en la muestra, se oxidan mediante reflujo cerrado en solución fuertemente ácida (H_2SO_4) con un exceso de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) en presencia de sulfato de plata (Ag_2SO_4) que actúa como agente catalizador, y de sulfato mercurico ($HgSO_4$) adicionado para eliminar la interferencia de los cloruros. Después de la digestión, el $K_2Cr_2O_7$ remanente se titula con sulfato ferroso amoniacal para determinar la cantidad de $K_2Cr_2O_7$ consumido. La materia orgánica se calcula en términos de oxígeno equivalente.

Para muestras de un origen específico, la DQO se puede relacionar empíricamente con la DBO, el carbono orgánico o la materia orgánica.

El método es aplicable a aguas superficiales y residuales, usando el dicromato de 0,025 N en un rango de 2.0 mg O_2/L a 100 mg O_2/L , usando el dicromato de 0,10 N en un rango de 10 mg O_2/L a 450 mg O_2/L y con el dicromato de 0,25 N tiene un intervalo de lectura de 10 mg O_2/L a 1000 mg O_2/L .

2. DEFINICIONES:

DQO = Demanda Química de Oxígeno.
mg O_2/L = miligramos de Oxígeno por litro.
LDM = Límite de Detección del Método
s = Desviación estándar
N = Normalidad
CV = Coeficiente de Variación
FAS = Sulfato Ferroso Amoniacal

3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

La solución de digestión contiene sustancias TOXICAS como Dicromato de Potasio y Sulfato de Mercurio, manipúlelo usando todos los elementos de seguridad del caso.

Revise antes de iniciar la práctica el Manual de Higiene Seguridad y las Hojas de Seguridad números: 44, 72, 113, 221, 224, y 230 que reposan en los AZ, en el mueble de la entrada en el área de recepción de muestras. Estas hojas de seguridad también puede encontrarlas, en el PSO en el puesto de trabajo.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0086	Fecha de elaboración: 28/12/2007	Versión: 05
DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA			

Deseche los residuos teniendo en cuenta las mismas precauciones, en la caneca de residuos que se encuentra bajo el mesón de la técnica marcada como residuos de DQO.

En el desarrollo de todo el análisis utilice de manera obligatoria los siguientes implementos de seguridad: bata, guantes, respirador para ácidos, gafas protectoras y zapatos antideslizantes, careta de seguridad, guantes de caucho calibre 35, guantes de nitrilo.

4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Los compuestos alifáticos volátiles de cadena lineal no se oxidan en cantidad apreciable, en parte debido a que están presentes en la fase de vapor y no entran en contacto con el líquido oxidante; tales compuestos se oxidan más efectivamente cuando se agrega Ag_2SO_4 como catalizador. Sin embargo, éste reacciona con los iones cloruro, bromuro y yoduro produciendo precipitados que son oxidados parcialmente.

Las dificultades causadas por la presencia de los haluros pueden superarse en buena parte, aunque no completamente, por acomplejamiento antes del proceso de reflujo con sulfato de mercurio (HgSO_4), que forma el haluro mercúrico correspondiente, muy poco soluble en medio acuoso. Si bien se especifica 1 g de HgSO_4 para 50 mL de muestra, se puede usar una menor cantidad mientras se mantenga una relación $\text{HgSO}_4:\text{Cl}^-$ de 10:1, cuando la concentración de cloruro sea menor de 2000 mg/L. La técnica no se debe usar para muestras que contengan más de 2000 mg de Cl^-/L ; existen otros procedimientos diseñados para determinar la DQO en aguas salinas.

El nitrito (NO_2^-) tiene una DQO de 1,1 mg de O_2/mg de NO_2^-/N , y como las concentraciones de NO_2^- en aguas rara vez son mayores de 1 o 2 mg $\text{NO}_2^-/\text{N}/\text{L}$, esta interferencia es considerada insignificante y usualmente se ignora. Para evitar una interferencia significativa debida al NO_2^- , agregar 10 mg de ácido sulfámico por cada mg de NO_2^-/N presente en el volumen de muestra usado; agregue la misma cantidad de ácido sulfámico al blanco de agua destilada.

Las especies inorgánicas reducidas, tales como ión ferroso, sulfuro, manganeso, etc., se oxidan cuantitativamente bajo las condiciones de la prueba; para concentraciones altas de estas especies, se pueden hacer las correcciones al valor de DQO obtenido, según los cálculos estequiométricos en caso de conocer su concentración inicial.



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

5. RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

Cuadro 1. Resultados para tubos de digestión, de vidrio borosilicato, de 16 × 100 mm.
CUADRO PARÁMETROS DE ESTANDARIZACION DEL MÉTODO

NOMBRE DEL METODO:		DEMANDA QUÍMICA DE OXIGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA	
CÓDIGO DEL PSO:		TP0086	
FECHA DEL INFORME DE VALIDACIÓN:		31/03/06	
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	10	mg O ₂ /L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE CV	11.7	-	Std 10 mg O ₂ /L
	1	-	Std 1000 mg O ₂ /L
	7.2	-	Control de 50 mg O ₂ /L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	4.1	%	Std 10 mg O ₂ /L
	-0.7	%	Std 1000 mg O ₂ /L
	4.0	%	Muestra Certificada
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	10 - 1000	mg O ₂ /L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	10 - 10000	mg O ₂ /L	Para una dilución máxima de 10 veces.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	96	%	Para un nivel de concentración de 525 mg O ₂ /L
	96	%	Para un nivel de concentración de 1000 mg O ₂ /L

Cuadro 2. Resultados para tubos de digestión, de vidrio borosilicato, de 25 × 150 mm (50 mL).

CUADRO PARÁMETROS DE ESTANDARIZACION DEL MÉTODO

NOMBRE DEL METODO:		DEMANDA QUÍMICA DE OXIGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA	
CÓDIGO DEL PSO:		TP0086	
FECHA DEL INFORME DE VALIDACIÓN:		28/12/07	
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	2.0	mg O ₂ /L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE CV	11.5	-	Std de 2.0 mg O ₂ /L
	8.2	-	Std de 5.0 mg O ₂ /L
	2.7	-	Std de 10 mg O ₂ /L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	11.4	%	Std de 2.0 mg O ₂ /L
	1.6	%	Std de 5.0 mg O ₂ /L
	1.9	%	Std de 10 mg O ₂ /L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	2.0 - 100	mg O ₂ /L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	2.0 - 1000	mg O ₂ /L	Para una dilución máxima de 10 veces.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	111.4	%	Para un nivel de concentración de 2.0 mg O ₂ /L
	95.8	%	Para un nivel de concentración de 3.0 mg O ₂ /L



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Colecte las muestras en botellas de plástico o de vidrio.

La muestra se preserva en campo por adición de H_2SO_4 conc. (2 mL de H_2SO_4 conc./L de muestra) y se mantiene refrigerada hasta el momento del análisis. El tiempo máximo de vida útil de la muestra es de veintiocho días.

Las muestras que contengan sólidos sedimentables deben mezclarse muy bien para homogenizar y obtener una muestra representativa.

7. APARATOS, REACTIVOS Y MATERIALES

7.1. Aparatos

- Bureta digital marca Metrohm, modelo Dosimat 775, con una capacidad de 20 mL y una resolución de 0.002 mL, y un agitador magnético complementario.
- Bureta de vidrio marca Kimax, con una capacidad de 10 mL y una resolución 0.02 mL.
- Bureta de vidrio dispensadora, con una capacidad de 50 mL y una resolución 0.1 mL.
- Balanza analítica con aproximación de 0.0001 g.
- Microdigestor para micro DQO marca Bioscience, Inc., diseñado para mantener una temperatura constante de operación de 150°C.
- Termoreactor para DQO marca E & Q., diseñado para mantener una temperatura constante de operación de 150°C.

7.2. Reactivos

Solicite los reactivos diligenciando el formato AF0041.

- *Agua Ultrapura*, obtenida en la pistola del purificador Labconco WaterPro PS.
- *Solución de digestión, 0,0167M ó 0.1 N*: Ponga a secar a 150°C durante 2 horas, Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) con pureza superior al 99.5%. En un vaso de 1000 mL disuelva 4,913 g del Dicromato de potasio anhidro, en 500 mL de agua desionizada filtrada, adiciónale muy lentamente 167 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y 33,3 g de Sulfato mercúrico ($HgSO_4$) grado reactivo, espere a que se disuelva y se enfríe a temperatura ambiente, complete en balón volumétrico de 1000 mL. Almacene en botella ámbar a temperatura ambiente.
- *Reactivo de ácido sulfúrico*: Prepare con una semana de anticipación. Agregue sulfato de plata (Ag_2SO_4), grado reactivo o técnico, en cristales o en polvo, a una cantidad de H_2SO_4 concentrado en proporción de 5,5 g de Ag_2SO_4 /kg H_2SO_4



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

- (aproximadamente 545 mL de ácido), tome una botella de 2500 mL de ácido sulfúrico concentrado (como viene en la presentación del 98%) y adiciónale 25.2294 g de Ag_2SO_4 . Deje en reposo una semana para que se disuelva el Ag_2SO_4 . Una vez disuelto, transfiera cuidadosamente y almacene en la bureta de vidrio dispensadora, con una capacidad de 50 mL, a temperatura ambiente.
- *Solución indicadora de ferroina*: Disuelva 1,485 g de 1,10-fenantrolina monohidratada y 0,695 g de Sulfato ferroso heptahidratado ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) en agua desionizada filtrada y diluya en balón de 100 mL. Almacene en frasco con dispensador gota a gota y a temperatura ambiente.
 - *Ftalato ácido de potasio (KHP) estándar*. Triture ligeramente y ponga a secar Biftalato de potasio ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$) a 110°C hasta peso constante. Disuelva 0,2125 g de biftalato de potasio en agua ultrapura y lleve a volumen en un balón volumétrico de 500 mL. El biftalato tiene una DQO teórica de 1,176 mg O_2/mg y la solución tiene una DQO teórica de 500 mg O_2/L . La solución es estable hasta tres meses si se conserva refrigerada; se debe verificar la presencia o ausencia de crecimiento biológico, y en caso afirmativo descartarla.
 - *Solución titulante de Sulfato ferroso amoniacal hexahidratado* ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) FAS, aproximadamente 0.04 N: Disuelva 15,6856 g de FAS en agua desionizada filtrada. Adiciónale 20 mL de H_2SO_4 concentrado, grado reactivo lentamente, deje enfriar y complete en balón volumétrico de 1000 mL. Valore la solución diariamente con la solución de digestión de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
 - *Solución titulante de Sulfato ferroso amoniacal hexahidratado* ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) FAS, aproximadamente 0.1 N: Disuelva 39,2140 g de FAS en agua desionizada filtrada. Adiciónale 20 mL de H_2SO_4 concentrado, grado reactivo lentamente, deje enfriar y complete en balón volumétrico de 1000 mL. Valore la solución diariamente con la solución de digestión de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
 - *Solución de digestión, 0,04175 M ó 0.25 N*: Seque a 150°C durante 2 horas, Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) con pureza superior al 99.5%. En un vaso de 1000 mL disuelva 12.2825 g del Dicromato de potasio anhidro, en 500 mL de agua desionizada filtrada, adiciónale muy lentamente 167 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y 33,3 g de Sulfato mercúrico (HgSO_4) grado reactivo, espere a que se disuelva y se enfríe a temperatura ambiente, complete en balón volumétrico de 1000 mL. Almacene en botella ámbar a temperatura ambiente.
 - *Solución de digestión, 0,004175 M ó 0.025 N*: Seque a 150°C durante 2 horas, Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) con pureza superior al 99.5%. En un vaso de 1000 mL disuelva 1.2283 g del Dicromato de potasio anhidro, en 500 mL de agua desionizada filtrada, adiciónale muy lentamente 167 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y 33,3 g de Sulfato mercúrico (HgSO_4) grado reactivo, espere a que se disuelva y se enfríe a temperatura ambiente, complete en balón volumétrico de 1000 mL. Almacene en botella ámbar a temperatura ambiente.



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

7.3. Materiales

- Balones aforados clase A de 50 mL.
- Erlenmeyers de 125 mL.
- Pipetas aforadas clase A, de 2, 2.5, 5, 6, 10, 20 y 25 mL.
- Pipetas graduadas de 5 y 10 mL.
- Probetas vidrio de 50 mL.
- Transferpipeta de 10 mL
- Pipeta Pasteur.
- Microespátula.
- Micropipeta de 1000 μ L
- Tubos de digestión, de vidrio borosilicato, de 16 \times 100 mm, con tapa rosca con empaque de Teflón y que soporten temperaturas hasta de 200°C.
- Tubos de digestión, de vidrio borosilicato, de 25 \times 150 mm, con tapa rosca con empaque de Teflón y que soporten temperaturas hasta de 200°C.

8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA:

Lave toda la vidriería con jabón alcalino o con soda al 10%, enjuague con agua de la llave, posteriormente déjelo en ácido sulfúrico al 10% y enjuague con agua destilada.

Utilice la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad y resérvela únicamente para las determinaciones de DQO. Remítase a Procedimiento Relacionado PC0125 Lavado material de vidrio.

Los tubos se lavan entre ensayo y ensayo con agua ultrapura se someten a lavado general cuando presentan película de grasa.

9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

- A partir de la solución patrón de Biftalato de potasio con una DQO igual a 500 mgO_2/L , prepare estándares de las siguientes concentraciones 50; 100; 200 mgO_2/L .
- Prepare un estándar de 50 mgO_2/L de DQO a partir de la solución de 500 mgO_2/L de DQO, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura.
- Prepare un estándar de 100 mgO_2/L de DQO a partir de la solución de 500 mgO_2/L de DQO, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura.



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

- Prepare un estándar de 200 mgO₂/L de DQO a partir de la solución de 500 mgO₂/L de DQO, tome 20 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura.
- Prepare un estándar de 5.0 mgO₂/L de DQO a partir de la solución estándar de 50 mgO₂/L de DQO, tome 5 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura .
- Cada vez que pase un lote de muestras incluya estándares de control de concentraciones 50 y 200 mgO₂/L, para muestras que se procesen con Dicromato 0,10 N. Estándares de control de concentraciones 100 y 500 mgO₂/L, para muestras que se procesen con Dicromato 0,25 N. Estándar de control de concentración 5.0 mgO₂/L, para muestras que se procesen con Dicromato 0,025 N.

10. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

10.1 Digestión de la muestra

- Precaliente conectando el digester una hora antes de colocar las muestras para que éste alcance los 150 °C.
- Preparación de blancos: Transfiera una alícuota de 2,5 mL de agua ultrapura en un tubo de digestión, adicione 1,5 mL de solución de digestión y 3,5 mL de reactivo de ácido sulfúrico (este reactivo debe ser dispensado gota a gota por la pared del tubo. Tape herméticamente los tubos, agite varias veces, sin invertir.

PRECAUCIÓN: Use la careta de seguridad y guantes gruesos para proteger las manos del calor producido al mezclar el contenido de los tubos, mezcle minuciosamente antes de aplicar calor, para prevenir el calentamiento local en el fondo del tubo y una posible reacción explosiva.

- Prepare 6 tubos como blancos, 3 de ellos colóquelos en digestión junto con las muestras y los otros 3 déjelos sin digerir, para valorar la concentración del FAS.
- Tratamiento de la muestra. Agite vigorosamente la muestra, transfiera a un tubo de digestión, 2,5 mL de muestra, agregue cuidadosamente 1.5 mL de solución de digestión y 3,5 mL de reactivo de ácido sulfúrico por la pared del tubo de tal manera que se forme una capa de ácido debajo de la mezcla de muestra y solución digestora. Tape herméticamente y agite, si la muestra presenta coloración verdosa o azul, indica que se encuentra fuera de rango de lectura, repita el procedimiento utilizando dicromato de potasio 0,25 N, titule con sulfato ferroso amoniacal. Tenga en cuenta las precauciones.
- Verifique el tipo de muestra, cuando ésta corresponda a un adicionado recuerde medir el volumen antes de iniciar el análisis y regístrelo en el formato y en el envase.



DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA

- Coloque los tubos con las muestras, los blancos para digestión y los estándares de control (distribuya aleatoriamente en cada uno de los bloques los blancos y los estándares de control), en el microdigestor precalentado a 150°C. Espere a que se establezca la temperatura en 150°C y deje en digestión por 2 horas, después de este tiempo saque los tubos y colóquelos en una gradilla a enfriar.
- Transfiera cuantitativamente el contenido de cada tubo a un erlenmeyer marcado con el número de muestra, blanco o control.

10.2 Valoración del Titulante.

- Valoración del FAS: Tome cada uno de los blancos no digeridos, transfíralos cuantitativamente a un erlenmeyer de 125 mL, enjuague varias veces con agua ultrapura y vierta el contenido en el erlenmeyer. Adicione 2 gotas de indicador de ferroína, mezcle rápidamente con el agitador magnético.
- Titule con el FAS aprox 0,04 N (si usó dicromato 0.025 N ó 0.10 N) o aprox. 0.10 N (si usó dicromato 0.25N). El punto final de la titulación es un cambio de color de azul verdoso a café rojizo permanente.

$$\text{Normalidad del FAS} = \frac{\text{Volumen (K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \times \text{Normalidad (K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{\text{Volumen (FAS) promedio}}$$

Volumen de Dicromato = 1,5 ó 6 mL.

Concentración del Dicromato de potasio: 0.025, 0.10 N ó 0.25 N

10.3 Titulación de muestras.

- Titulación de Blancos:

Medición de la reducción del dicromato: Tome los tubos de los blancos digeridos y realice el mismo procedimiento de titulación que el efectuado para la valoración del FAS.

- Titulación de las muestras:

Tome los tubos de las muestras y estándares y realice el mismo procedimiento de titulación que el efectuado para la valoración del FAS.

NOTA: Si en la etapa de titulación de las muestras al adicionar ferroína, toman color rojizo permanente, significa que todo el dicromato ha sido consumido, por lo tanto es necesario utilizar el dicromato más concentrado. Si este también es consumido diluya la muestra. Deseche los residuos en la caneca rotulada Desechos de DQO ubicada debajo del mesón del área de DQO.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0086	Fecha de elaboración: 28/12/2007	Versión: 05
DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA			

11. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS:

Rechazo de datos para los 3 blancos con digestión: calcular el estadístico T para los valores extremos de cada grupo (máximo y mínimo), calcule el promedio y la desviación estándar.

Calcule el T como: $T = (X_{alto} - X_{promedio})/s$ para un valor alto.

$T = (X_{promedio} - X_{bajo})/s$ para un valor bajo.

Si el T calculado es mayor que el T de tablas que es igual a 1,15 para 3 datos y para un nivel de confianza del 95%, el dato se rechaza. Para mayor información revise el TP0131 Procedimiento estándar de operación de estandarización de métodos analíticos.

$$DQO \text{ como mg O}_2/\text{L} = \frac{(A - B) \times N \times 8 \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

donde:

A = Promedio de mL de FAS utilizado para los blancos digeridos

B = mL de FAS utilizado para la muestra

N = Normalidad del FAS

8 = Peso equivalente del Oxígeno.

Cuando el resultado de un análisis sea menor que 10 mg O₂/L, realice el mismo procedimiento de análisis (numeral 10) pero usando los tubos de 50 mL de capacidad y las siguientes condiciones:

Volumen de Blanco, Estándar de control de 5.0 mg O₂/L o Muestra: 10 mL

Volumen de Reactivo de Digestión **0.025 N**: 6 mL

Volumen de Reactivo de Ácido Sulfúrico 14 mL

Temperatura de Digestión 150 °C

Tiempo de Digestión 2 Horas

Normalidad de la solución Titulante, aproximadamente 0.04 N

Cuando el resultado de un análisis sea menor que 2.0 mg O₂/L, registre en el formato el valor como < 2.0 mg/L.

Reporte el resultado con 2 cifras significativas.

Registre los resultados de los controles con 3 cifras significativas en la carta de control, verifique que los valores se encuentren dentro de los límites de alarma y/o control de la carta.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0086	Fecha de elaboración: 28/12/2007	Versión: 05
DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO CERRADO Y VOLUMETRÍA			

12. SECCIÓN DE CONTROL DE CALIDAD (CC) Y ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

Los blancos con digestión son blancos de método y el valor medio (promedio) se resta de cada muestra analizada en el lote correspondiente.

Verifique los estándares de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control debe revisar el sistema conjuntamente con el líder de análisis o el oficial de calidad. No realice más análisis hasta verificar que sucede, inicie nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene

Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio, la replicabilidad del método. Analice por duplicado una muestra por lote. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.

Lleve los registros de los estándares de control de 5.0, de 50 y 200 mgO₂/L , ó 100 y 500 mgO₂/L en la carta de control correspondiente.

Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado, si nuevamente está fuera de control es necesario repetir el análisis de todo el grupo de muestras..

13. BIBLIOGRAFÍA

PAEZ, Carlos Mauricio. Informes de Prevalidación de la Demanda Química de Oxígeno, Técnica Volumétrica – Método de Reflujo cerrado. IDEAM. Santafé de Bogotá. 2000 – 2001.

GARAY, J., PANIZZO, L., LESMES, L., RAMIREZ, G., SANCHEZ, J. Manual de Técnicas Analíticas de Parámetros Físico-químicos y Contaminantes Marinos. Tercera edición. Centro de Investigaciones Oceanográficas e Hidrográficas. Cartagena, 1993.

Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency. Cincinnati, 1983.

RODIER, J. Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Omega, Barcelona, 1981.

SAWYER, C.; McCARTY, P. Chemistry for Environmental Engineering. McGraw Hill, New York, 1996

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 25 ed., New York, 2005.