

MEDICIÓN DEL OXÍGENO DISUELTO EN AGUA DULCE

El método más exacto es el llamado *método de Winkler* o *yodométrico*

MATERIAL

- Solución de $MnSO_4 \cdot 2 H_2O$ al 40% (400 g de $MnSO_4 \cdot 2 H_2O$ en un litro de agua).
- Solución de NaOH y KI al 50 % (500 g de NaOH y 500 g de KI en 1 litro de agua).
- Pipetas
- 2 frascos con tapón de vidrio de 100 ml.
- Acido sulfúrico o clorhídrico concentrado.
- Tiosulfato sódico 0,005 M (2,2 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$ más 0,1 g de Na_2CO_3 en un litro de agua).
- Solución de Almidón (se calientan hasta ebullición 50 ml de glicerina para análisis más 50 ml de agua desionizada. Después se añade 1 gramo de almidón previamente disuelto en 2-3 ml de agua).

TOMA DE MUESTRAS

Se recoge el agua a analizar en frascos de 100 ml de boca estrecha y tapón de vidrio, por inmersión, tapándolo bajo el agua sin que queden burbujas de aire y sin agitarlo. Se anota la T^a . Tomamos dos frascos que mantendremos a bajas temperaturas hasta el laboratorio.

PROCEDIMIENTO

- 1.-Por cada 100 ml de la muestra se añade con una pipeta que llegue hasta el fondo del frasco:
 - 1 ml de una solución de 400 g de $MnSO_4 \cdot 2 H_2O$ en un litro de agua.
 - 1 ml de una solución de 500 g de NaOH y 500 g de KI en 1 litro de agua.
- 2.-Se cierra el frasco para que no queden burbujas, agitándolo repetidamente y se deja reposar el precipitado hasta que el agua superior esté clara. Se agita y se deja sedimentar una segunda vez.
- 3.-Se disuelve el precipitado añadiendo 1 ml de ácido sulfúrico o clorhídrico concentrado.
- 4.-Una hora después, tomar 50 mL de la disolución ácida e introducirlos en un matraz erlenmeyer de 100 mL. Valorar rápidamente con tiosulfato sódico 0,005 M hasta que el color del yodo palidezca. En ese momento añadir 5 mL del indicador de almidón hasta **decoloración** del mismo.

El nº de mg de oxígeno por litro es igual al nº de ml de la solución 0,005 M de tiosulfato gastados en 50 ml de la muestra, multiplicados por 0,8 (mg de Oxígeno/L de agua será: $X \times 0,8$).

Interferencias: Los resultados pueden verse alterados si hay mucho plancton o grasas en el agua, que absorben yodo. También los alteran los nitritos, iones ferrosos o los sólidos en suspensión.

FUNDAMENTO: Se basa en la adición a la muestra, una solución de manganeso divalente, seguido de un álcali fuerte. El OD oxida rápidamente una cantidad equivalente del precipitado disperso de hidróxido manganeso divalente a hidróxidos con mayor estado de valencia. En presencia de iones yoduro, en solución ácida, el manganeso oxidado revierte al estado divalente, con liberación de yodo equivalente al contenido original de OD. Posteriormente se valora el yodo con una solución patrón de tiosulfato. El punto final de la titulación se puede detectar visualmente con un indicador de almidón. La precisión es de $\pm 50 \mu g/litro$.

Medición aproximada de la concentración de oxígeno

- 1.-En cada tubo se añaden 2 gotas de sulfato de manganeso y dos gotas de hidróxido de sodio.
- 2.-Se coloca un tapón y se agita. Se formará un precipitado de diferente color, en función de la concentración de oxígeno. Para valorar los resultados, consulta la tabla siguiente.

Color del precipitado	Contenido en oxígeno del agua	Grado de contaminación org.
Castaño	Buena, más de 9 mg/l de Ox.	Débil o sin contaminación
Amarillo	Pobre, de 1 a 9 mg/l de Ox.	Contaminación media
Blanco	Muy escaso, menos de 1 mg/l	Contaminación muy fuerte

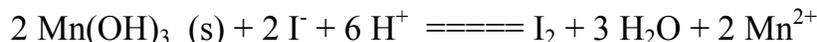
REACCIONES DEL MÉTODO DE WINKLER o Método Yodométrico

Fijación y determinación del oxígeno disuelto.

El oxígeno disuelto puede reaccionar cuantitativamente con un exceso de hidróxido de manganeso (II), transformándose rápidamente en hidróxido de manganeso (III):



Al acidificar, el hidróxido de manganeso (III) producido oxida al yoduro, formándose yodo:



El yodo producido, equivalente al oxígeno que había en la muestra, puede ser valorado con tiosulfato sódico, según la reacción:



Debido a que un mol de oxígeno equivale a dos moles de yodo, se requerirán 4 *moles de tiosulfato por cada mol de oxígeno* disuelto.

$$\begin{aligned} & X \text{ ml tiosulfato} \times \frac{0,005 \text{ moles tiosulf.}}{1000 \text{ ml tiosulf.}} \times \frac{1 \text{ mol I}_2}{2 \text{ moles tiosulf.}} \times \frac{2 \text{ moles trihidróx.}}{1 \text{ mol I}_2} \times \\ & \times \frac{1 \text{ mol O}_2}{4 \text{ moles trihidróx.}} \times \frac{32 \text{ g O}_2}{1 \text{ mol O}_2} \times \frac{1000 \text{ mg O}_2}{1 \text{ g O}_2} = X \text{ ml tiosulfato} \times \frac{0,005 \times 32}{4} = \\ & = X \times 0,04 \text{ en } 50 \text{ ml de la muestra, por tanto en } 1000 \text{ ml (1 L) será } X \times \frac{0,04 \times 1000}{50} \end{aligned}$$

El nº de mg de Oxígeno/L será: $X \times 0,8$

VALORES de Oxígeno Disuelto.

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO)

<u>Nivel de OD</u> (en ppm)	<u>Calidad del Agua</u>	<u>Nivel DBO</u> (en ppm)	<u>Calidad del Agua</u>
0,0 - 4,0	Mala Algunas poblaciones de peces y macroinvertebrados empezarán a bajar.	1 - 2	Muy Buena No hay mucho desecho orgánico presente en la muestra de agua.
4,1 - 7,9	Aceptable	3 - 5	Aceptable: Moderadamente Limpia
8,0 - 12,0	Buena	6 - 9	Mala: Algo Contaminada Generalmente indica que hay materia orgánica presente y que las bacterias están descomponiendo este desecho.
12,0 ó más	Repita la prueba El agua podría haberse aireado artificialmente.	100 ó más	Muy Mala: Muy Contaminada Contiene desecho orgánico.