

PRÁCTICA 21. DUREZA O HIDROMETRÍA

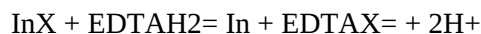
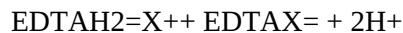
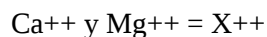
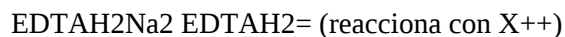
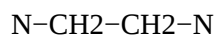
Método complexométrico

Definiciones

La dureza o grado hidrométrico de un agua corresponde a la suma de las concentraciones de cationes metálicos con la excepción de los metales y del ión H^+ . En la mayoría de los casos, la dureza se debe principalmente a los iones Ca^{++} y Mg^{++}

Principio

Los alcalinotérreos (Grupo II) presentes en el agua forman un complejo con la sal disódica del ácido etilen diamino tetracético (EDTA) La desaparición de las últimas trazas de elementos libres a determinar se ponen de manifiesto por el viraje de un indicador específico:



Reactivos

Solución de negro de eriocromo T (indicador)

Solución de negro de eriocromo T en alcohol etílico absoluto al 0,4% (se ha de conservar al abrigo de la luz)

Negro de eriocromo T 0,4 gr

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Solución tampón (pH = 9,5 – 10)

Cloruro amónico 5,4 gr

Amoniaco al 25% 35 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Solución de EDTA N/50

Sal disódico del ácido etildiaminotetracético 0,3721 gr

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Procedimiento

- Enrasar un matraz de 100 de agua a analizar
- Poner en un vaso de precipitado de unos 150 ó 200 cc
- Calentar con un mechero de alcohol, rejilla y soporte
- Poner sobre la boca del vaso papel albal (*para evitar evaporación de agua y consecuente pérdida de volumen*), hacer un agujero en éste e introducir un termómetro para ver la temperatura
- Calentar hasta que llegue a 60 °C
- Añadir al vaso de precipitados 5 cc de solución tampón (pH 9,5 – 10)
- Añadir unas 15 gotas de indicador negro de eriocromo. *La muestra tendrá un color rojo vino – fucsia*
- Verter la solución de EDTA mediante bureta hasta viraje de rojo vino hasta azul verdoso. *En nuestro caso obtenemos un color azul eléctrico. Hay que tener mucho cuidado porque el viraje se produce solamente en una gota.*
- Verificar con una gota de EDTA que no se produzca un aumento de la coloración azul verdosa

V = Volumen solución EDTA gastado

La valoración hay que hacerla tres veces. Por tanto, el mismo procedimiento lo repetiremos 3 veces. En nuestro caso, hicimos 6 determinaciones, 3 para la muestra y 3 para el agua del grifo y después poder comparar los datos

Expresión De Los Resultados

La dureza total será igual a $2V/10$ meq/l

Datos Obtenidos

Dureza de la muestra

- 1ª valoración: $V_1 = 23,3$ cc
- 2ª valoración: $V_2 = 14,8$ cc
- 3ª valoración: $V_3 = 13,6$ cc

Dureza del agua del grifo

- 1ª valoración: $V_1 = 7,2$ cc
- 2ª valoración: $V_2 = 6,9$ cc
- 3ª valoración: $V_3 = 7,1$ cc

PRÁCTICA 25. DETERMINACIÓN DE LOS NITRATOS

Método del salicilato sódico

Principio

En presencia de salicilato sódico, los nitratos dan el p-nitrosalicilato sódico de color amarillo susceptible de una determinación colorimétrica.

Reactivos

Solución de salicilato sódico al 5%

Hay que prepararla cada 24 horas

Salicilato sódico 2,5 gr

Agua destilada hasta enrase 50 cc

Ácido sulfúrico H₂SO₄ concentrado =1.84

Solución de NaOH y de tartrato doble de sodio y potasio

Para una mayor disolución, disolver primero el hidróxido sódico NaOH en un poco (unos 10 cc) de agua. Añadir el tartrato y otro poco de agua y disolver. Una vez disuelto casi completamente, dejaremos enfriar y después podremos enrasar.

Hidróxido sódico NaOH 40 gr

Tartrato doble Na/K 6 gr

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Se ha de conservar en un frasco de polietileno. En nuestro caso, omitiremos este paso.

Solución madre patrón de nitrógeno nítrico de 0,1 gr/l

Nitrato potásico anhidro 0,18 gr

Agua destilada hasta enrase 250 cc

Una vez enrasada, se podrá añadir 1 cc de cloroformo con el único fin de conservarla

Solución hija patrón de nitrógeno nítrico de 0,005 gr/l

Solución madre 5 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Preparación De La Curva De Calibrado

En una serie de cápsulas de porcelana de 60 cc (puesto que se facilita la evaporación necesaria), introducir sucesivamente:

Nº cápsulas	T	I	II	III	IV
Solución patrón hija cc	0	1	2	5	10
Agua destilada cc	10	9	8	5	0
Sol. Salicilato sódico cc	1	1	1	1	1

Corresp en mgr/l de nitrógeno nítrico	0	0,5	1	2,5	5
---------------------------------------	---	-----	---	-----	---

- Evaporar a sequedad en Baño María o en una estufa a 75–80°C (no calentar durante mucho tiempo ni a temperatura superior a la indicada porque se desnaturaliza)

En nuestro caso, lo que hemos hecho es dejar las cápsulas al temperatura ambiente en el laboratorio, para volver a reanudar las prácticas al próximo día y tener el residuo seco sin necesidad de calentar

- Dejar enfriar
- Tratar el residuo con 2 cc de ácido sulfúrico H₂SO₄ procurando que quede impregnado completamente
- Remover para la mayor homogenización
- Dejar reposar 10 minutos
- Añadir 15 cc de agua bidestilada
- Remover para homogeneizar
- Añadir 15 cc de solución de NaOH y tartrato doble de sodio y potasio que desarrolla la coloración amarilla
- Remover para homogeneizar
- Efectuar las lecturas en el espectrómetro a $\lambda = 420$ nm
- Construir curva de calibración

Procedimiento Para Preparar La Muestra

- Introducir 10 cc de agua a analizar en una cápsula de porcelana de 60 cc (*o en un recipiente de similares características que hayamos utilizado para las muestras anteriores*)
- Alcalinizar debidamente con la solución de hidróxido sódico (*solamente 2 gotas*)
- Añadir 1 cc de salicilato sódico
- Evaporar al Baño María, de la misma manera que los anteriores
- Proseguir de la misma manera que en los anteriores, siguiendo los mismos pasos, puesto que la muestra se prepara a la vez de las cápsulas, si no queremos estar en el laboratorio 1 semana con la misma práctica

Expresión De Los Resultados

Para una muestra de 10 cc, la curva da directamente el contenido de nitrógeno nítrico expresado en mgr/l de agua.

Para obtener el contenido de nitratos NO₃⁻ este dato obtenido de la gráfica se multiplicará por 4,43 por la siguiente razón:

$$14 \text{ N gr } 62 \text{ gr NO}_3^-$$

$$a \text{ gr } x$$

Datos Obtenidos

	Absorbancia	A - T = a	a	Corresp en mgr/l de nitrógeno nítrico
T	0,040			
I	0,185	0,185 - 0,04	0,145	0,5
II	0,332	0,332 - 0,04	0,292	1
III	0,738	0,738 - 0,04	0,698	2,5

IV	1,310	1,310 - 0,04	1,270	5
M	0,352	0,352 - 0,04	0,312	1,05

$1,05 \cdot 4,43 = 4,6515$ mgr de nitratos NO_3^- por litro de agua

PRÁCTICA 27. DETERMINACIÓN DE LOS NITRITOS (NO_2^-)

Método del reactivo de Zambelli

Principio

El ácido sulfanílico en medio clorhídrico, en presencia del ión amonio y de fenol, forma con los iones nitrito un complejo coloreado cuya intensidad es proporcional a la concentración de nitritos.

Reactivos

Amoniaco puro NH_3 =0,925

Reactivo de Zambelli

Ácido clorhídrico HCl puro =1,19 gr/cc 26 cc

Ácido sulfanílico 0,5 gr

Fenol cristalizado 0,75 gr

Cloruro amónico 13,5 gr

Agua destilada exenta de iones nitrito 62,5 cc

- Introducir en un vaso mediano 62,5 cc de agua destilada
- Añadir los 26 cc de ácido clorhídrico HCl
- Colocar el vaso de precipitados sobre un soporte con un mechero de alcohol
- Calentar suavemente y añadir el ácido sulfanílico (0,5 gr) y el fenol (0,75 gr) y disolver
- Añadir aun en caliente los 13,5 gr de cloruro amónico y agitar hasta disolución
- Dejar enfriar
- Trasvasar la mezcla a un matraz de 100 cc
- Enrasar si fuese necesario con agua destilada

Solución madre patrón de nitritos NO_2^- de 0,23 gr/l

Nitrito Sódico NaNO_2 0,1725 gr

Agua recientemente destilada hasta enrase 500 cc

Esta solución se conserva mejor si se toma la precaución de añadirle 1 cc de cloroformo

Solución hija de iones NO_2^- de 0,0023 gr/l

Solución madre patrón 0,23 gr/l 1 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Preparación De La Curva De Calibrado

En una serie de vasos de precipitados de unos 80 cc o matraces aforados de 100 cc introducir sucesivamente:

Nº vasos	T	I	II	III	IV	V
Sol. Hija patrón 0,0023 gr/l (cc)	0	1	5	10	15	20
Agua destilada (cc)	50	49	45	40	35	30
Agitar suavemente						
React. Zambelli (cc)	2	2	2	2	2	2
Agitar suavemente						
ESPERAR 10 MINUTOS						
Amoniaco puro (cc)	2	2	2	2	2	2
Agitar suavemente						
Corresp en mgr/l de nitritos	0	0,046	0,23	0,46	0,69	0,92

Efectuar las lecturas en el espectrómetro a $\lambda = 435$ nm

Procedimiento Para Preparar La Muestra

	M
Agua a analizar (cc)	50
React Zambelli (cc)	2
Agitar suavemente	
ESPERAR 10 MINUTOS	
Amoniaco puro (cc)	2
Agitar suavemente	

Expresión De Los Resultados

Para una muestra de 50 cc, la curva da directamente la cantidad de nitrito expresada en mgr/l de agua

Este valor multiplicado por 0,305 da la cantidad de nitrógeno nitroso expresado en mgr/l de agua

Datos Obtenidos

	Absorbancia	$A - T = a$	a	mgr/l de nitritos	mgr/l de nitrógeno nitroso (x 0,305)
T	0,026				
I	0,050	0,05 - 0,026	0,024	0,046	0,01403
II	0,160	0,16 - 0,026	0,134	0,23	0,07015
III	0,301	0,301 - 0,026	0,275	0,46	0,1403
IV	0,426	0,426 - 0,026	0,400	0,69	0,21045
V	0,584	0,584 - 0,026	0,558	0,92	0,2806
M	0,130	0,13 - 0,026	0,104	0,17	0,05185

PRÁCTICA 28. DETERMINACIÓN DEL CINCO

Principio

El ferrocianuro reacciona con el cinc para dar un precipitado coloidal de ferrocianuro de cinc (aspecto blanco lechoso) susceptible de determinación colorimétrica

Reactivos

Ácido clorhídrico HCl puro =1,19 gr/cc

Solución de cloruro amónico NH₄Cl al 10%

Cloruro amónico NH₄Cl 20 gr

Agua destilada hasta enrase 200 cc

Solución de sulfato sódico Na₂SO₃ al 10%

Sulfato sódico Na₂SO₃ 1 gr

Agua destilada 9 cc

Solución de ferrocianuro potásico al 0,5%

Ferrocianuro potásico 0,05 gr

Agua destilada 10 cc

Si no fuera posible pesar los 0,05 gr, los cálculos se harían para 100 cc, y por tanto se pesarían 0,5 gr de ferrocianuro potásico y se enrasaría a 100 con agua destilada

Solución madre patrón de cinc de 1gr/l

Sulfato de cinc 0,2467 gr=0,25 gr

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Solución hija patrón de cinc de 0,01 gr/l

Solución madre patrón de cinc 1 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Preparación De La Curva De Calibrado

En una serie de vasos de precipitado (que tendremos la precaución posteriormente de tapar con papel albal o film) de unos 80 – 100 cc añadir sucesivamente:

Nº vasos	T	I	II	III	IV	V	VI
Sol. Hija patrón cinc (cc)	0	1,25	2,5	3,75	5	6,25	12,5
Agua destilada (cc)	25	23,75	22,5	21,25	20	18,75	12,5
Agitar suavemente							

Ác. Clorhídrico HCl puro (cc)	1	1	1	1	1	1	1
Agitar suavemente							
Sol. Cloruro amónico NH ₄ Cl (cc)	20	20	20	20	20	20	20
Agitar suavemente							
Sulfato sódico Na ₂ SO ₃ (gotas)	1	1	1	1	1	1	1
Agitar suavemente							
DEJAR EN REPOSO 5-7 MINUTOS							
Ferrocianuro potásico 0,5% (cc)	1	1	1	1	1	1	1
Agitar suavemente							
DEJAR EN REPOSO A LA OSCURIDAD Y TAPADOS DURANTE 7-10 MINUTOS							
Corresp en mgr/l de Zn en agua	0	0,5	1	1,5	2	2,5	5

Tras dejar en reposo esos 7-10 minutos efectuar las lecturas en el espectrofotómetro a $\lambda = 650$ nm y construir la curva de calibración.

Procedimiento Para Preparar La Muestra

	M
Agua a analizar (cc)	25
Ác. Clorhídrico HCl (cc)	1
Agitar suavemente	
Sol. Cloruro amónico NH ₄ Cl (cc)	20
Agitar suavemente	
Sulfito sódico Na ₂ SO ₃ (gotas)	1
Agitar suavemente	
REPOSAR 5-7 MIN	
Ferrocianuro potásico 0,5% (cc)	1
Agitar suavemente	
REPOSAR EN OSCURIDAD 7-10 MIN	

Expresión De Los Resultados

Para una muestra de 25 cc, la curva da directamente el contenido en Zn expresado en mgr/l de agua

Datos Obtenidos

	Absorbancia	A - T = a	a	Mgr/l de Zn en agua
T	0,01			
I	0,012	0,012 - 0,01	0,002	0,5
II	0,09			
III	0,026	0,026 - 0,01	0,016	1,5
IV	0,036	0,036 - 0,01	0,026	2
V	0,043	0,043 - 0,01	0,033	2,5
VI	0,063	0,063 - 0,01	0,053	5
M	0,022	0,022 - 0,01	0,012	1,25

PRÁCTICA 29. DETERMINACIÓN DEL MANGANESO

Método del peryodato potásico

Principio

En Manganese se oxida a permanganato por medio del peryodato potásico KIO_4 en medio ácido. El permanganato así formado se determina colorimétricamente

Reactivos

Agua destilada exenta de manganese

Peryodato potásico KIO_4 cristalizado

Permanganato potásico KMnO_4 cristalizado

Sulfito monosódico cristalizado 40% $\approx 1.26 \text{ gr/cc}$

100% 40%

1,26 gr x

1 cc 0,504 gr

x cc 0,2 gr

Ácido fosfórico siruposo $\approx 1.71 \text{ gr/cc}$

Ácido sulfúrico H_2SO_4 puro $\approx 1.83 \text{ gr cc}$

Solución madre patrón de manganese de 0,1 gr/l

- Añadir en un vaso de precipitados o en un erlenmeyer de unos 100 cc 50 cc de agua destilada
- Añadir 1,5 cc de ácido sulfúrico H_2SO_4 puro
- Disolver 0,144 gr de permanganato potásico KMnO_4
- Añadir los 0,4 cc de sulfito monosódico cristalizado
- Calentar y llevar a ebullición y a la vez agitar con varilla de vidrio
- Enfriar
- Trasvasar a un matraz aforado de 50 cc
- Enrasar con agua destilada si fuese necesario

Solución hija patrón de manganese de 0.005 gr/l

Solución madre patrón 5 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Preparación De La Curva De Calibrado

Añadir sucesivamente en vasos de precipitado de unos 150 cc o erlenmeyes o matraces de 200 cc

Nº vasos	T	I	II	III	IV	V	VI
Sol. Hija patrón (cc)	0	1	2	5	10	15	20
Agua destilada (cc)	100	99	98	95	90	85	80
Ác. Sulfúrico H ₂ SO ₄ (cc)	10	10	10	10	10	10	10
Corresp. En mgr/l de Mn	0	0,05	0,1	0,25	0,5	0,75	1

- Añadir algunas bolas de vidrio (*nosotros no*) y llevar a ebullición
- Calentar hasta aparición de humos blancos concentrados
- Eliminar la aparición eventual (*si la hubiera*) de coloración con la adición de algunas gotas de ácido nítrico HNO₃
- Apagar el mechero y dejar enfriar
- Una vez frío o medio templado, añadir sucesivamente:

Agua destilada 25 cc

Ácido nítrico HNO₃ 10 cc

Ácido fosfórico H₃PO₄ 5 cc

- Calentar de nuevo (*a ser posible sobre placa calefactora*) e ir añadiendo 0,5 gr de peryodato potásico KIO₄
- Hervir lentamente durante unos 15 min hasta aparición de coloración (*excepto en el testigo*)
- Enfriar y trasvasar a matraz de 100 cc
- Enrasar si fuese necesario
- Efectuar las lecturas en el espectrofotómetro a $\lambda = 525$ nm

Expresión De Los Resultados

Para una muestra de 100 cc, la curva da el contenido de manganeso expresado en mgr/l de agua

PRÁCTICA 30. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CLORO RESIDUAL ACTIVO

Principio

El peryodato potásico KIO₄ se oxida en medio ácido y el yodo que libera se valora con una solución de tiosulfato sódico 0,1 N

$\text{Cl}_2 + 2\text{I}^- \rightarrow \text{I}_2 + 2\text{Cl}^-$ Amarillo

$\text{Almidón} + \text{I}_2 \rightarrow \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + \text{I}^-$ Incolora

Azul – negro

Reactivos

Ácido acético CH₃COOH puro cristalizado o cristizable o glacial

Yoduro potásico KIO₄ puro exento de yodato

Tiosulfato sódico Na₂S₂O₃ 0,1 N

Sabiendo que la valencia es 1 y que el peso molecular es 248,13 prepararemos 50 cc pesando:

Procedimiento

- Tomar en un erlenmeyer de unos 250 cc 100 cc de agua a analizar
- Añadir 2,5 cc de ácido acético CH_3COOH
- Añadir 0,5 gr de yoduro potásico KIO_4
- Se aprecia coloración rojiza, característica del yodo
- Empezar a valorar mediante una bureta la mezcla con la solución de tiosulfato sódico $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N hasta que aparezca un amarillo pálido
- Añadir al erlenmeyer unas gotas (unas 15 o 20) de engrudo de almidón
- Esperar 2 minutos. Se tornará azul o casi negra la mezcla
- Seguir valorando con tiosulfato hasta decoloración
- Tener muy en cuenta que el viraje es muy estricto, se produce en una gota, por tanto, cuando empiece a decolorarse, disminuirémos la velocidad de adición de la bureta

Expresión De Los Resultados

Sea V el nº de cc de tiosulfato sódico $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilizados para la determinación. El contenido en mgr/l de cloro activo se da por la siguiente expresión:

100 cc muestra $35,5 \cdot 0,1 \cdot V$ mgr Cl

1000 cc muestra X

Datos Obtenidos

Media del volumen medido en las tres determinaciones realizadas

V1 = 4,35 cc de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

V2 = 4,3 cc de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

V3 = 4,35 cc de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

PRÁCTICA 26. OXÍGENO CONSUMIDO POR LA MATERIA ORGÁNICA

Principio

Este test tiene por objeto conocer la cantidad de materia orgánica presente en el agua.

La operación consiste en medir, en medio ácido o alcalino, la cantidad de O_2 utilizado para la reducción del permanganato potásico KMnO_4 por las materias orgánicas de origen animal o vegetal contenidas en una muestra de agua

Reactivos

Solución de ácido sulfúrico H_2SO_4 al 50%

Ácido sulfúrico H_2SO_4 5 cc

Agua destilada 5 cc

Solución de permanganato potásico KMnO_4 N/80

Primero habremos de preparar una solución de **permanganato potásico KMnO_4 N/10, de 100 cc**, que preparará un solo grupo:

Permanganato potásico KMnO_4 0,316 gr

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Ahora haremos los cálculos para tomar un cierto volumen de la solución de permanganato potásico KMnO_4 N/10 y hacer la de **N/80**

Solución de KMnO_4 N/10 12,5 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Solución de sulfato ferroso amoniacal

Sulfato ferroso amoniacal 1 gr

Ácido sulfúrico H_2SO_4 0,55 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Solución saturada de bicarbonato sódico

En un vaso de precipitados introducir 50 cc de agua destilada y añadir bicarbonato sódico hasta saturación.

Procedimiento

La determinación debe efectuarse con un agua nítida. Si contiene materias en suspensión, eliminarlas previamente por sedimentación y decantación, centrifugación o filtración con un filtro exento de materias orgánicas solubles

Determinación en medio ácido

- En un erlenmeyer (1) introducir 500 cc de agua a analizar
- Añadir 10 cc de solución de ácido sulfúrico H_2SO_4 al 50% a (1)
- En otro erlenmeyer (2) de 250 cc introducir 100 cc de agua a analizar
- Añadir a (2) 5 cc de solución de H_2SO_4 al 50%
- Añadir a (1) y a (2) 10 cc de solución de permanganato KMnO_4 N/80
- Tomarán una coloración morada
- Llevar a ebullición a (1) y a (2) agitando. A partir del momento en que las burbujas que se forman en el fondo llegar hasta la superficie del líquido en línea continua, contar 10 minutos
- Dejar enfriar durante 30 minutos
- Añadir en (1) y en (2) 10 cc de solución de sulfato ferroso amoniacal para decoloración. La decoloración viene dada por la reacción que surge, que es la siguiente:
- Volver a obtener inmediatamente la coloración rosa débil persistente introduciendo en (1) y en (2) por medio de una bureta la solución de permanganato potásico KMnO_4 N/80

Determinación en medio alcalino

- Introducir en un erlenmeyer (1) 200 cc de agua a analizar
- Añadir a (1) 20 cc de solución saturada de bicarbonato sódico
- En otro erlenmeyer de 500 cc (2) introducir 100 cc de agua a analizar
- Añadir a (2) 10 cc de solución saturada de bicarbonato sódico
- Proceder en el resto de la operación como en la determinación ácida, pero teniendo cuidado de añadir (con precaución para evitar proyecciones) después de enfriar y antes de la adición del sulfato ferroso amoniacal, 20 cc de H_2SO_4 al 50% en el (1) y 10 cc en el (2)

Expresión De Los Resultados

La diferencia entre los volúmenes de solución de KMnO_4 consumidos en (1) y en (2) tanto en el caso de medio ácido como en medio básico o alcalino representa el número de mgr de oxígeno consumido por litro de agua

PRÁCTICA 31. DETERMINACIÓN DEL UROCROMO

Principio

El urocromo, complejo coloreado de unión peptídica, presente en la orina, permite seguir una contaminación de origen biológico, en particular en las aguas de piscinas. Efectivamente este compuesto está presente en la orina en una proporción de 0,3 gr/l

Reactivos

Solución de aluminio 0,1 M

Sulfato aluminico potásico de 12 moléculas H_2O 0,2372 gr

Agua destilada hasta enrase 50 cc

Solución de fenolftaleína al 1%

Ácido fórmico puro al 85%

Ácido fosfórico H_3PO_4 puro al 85%

Solución de amoníaco NH_3 al 5%

Amoníaco NH_3 6,25 cc

Agua destilada hasta enrase 25 cc

Solución de dicromato potásico al 1%

Dicromato potásico 1 gr

Agua destilada hasta enrase 100 cc

Solución de nitrato de cobalto al 5%

Nitrato de cobalto 5 gr

Agua destilada hasta enrase 100 cc

SOLUCIÓN DE REFERENCIA

Se prepara con las dos soluciones anteriores

Solución de dicromato potásico al 1% 1,5 cc

Solución de nitrato de cobalto al 5% 7,6 cc

Agua destilada hasta enrase 100 cc

La coloración obtenida diluyendo 1 cc de esta solución a 50 cc corresponde a una solución de urocromo de 1 mgr/l

Preparación De La Curva De Calibrado

En una serie de matraces aforados de 50 cc efectuar las siguientes diluciones:

Nº matraces	T	I	II	III
Sol. Referencia (cc)	0	1	2	3
Agua destilada (cc)	50	49	48	47
Corresp en mgr/l de urocromo	0	1	2	3

Efectuar las lecturas en el espectrómetro a $\lambda = 380$ nm y trazar la curva de calibrado

Procedimiento Para Preparar La Muestra

- En un vaso de precipitados de 1 litro (*intentar que sea un vaso de precipitados y no un erlenmeyer. En caso de que no lo hubiera, cogeríamos 2 vasos de precipitados de 500 cc*) añadir 500 cc de agua a analizar
- Añadir 20 cc de solución de aluminio 0,1 M
- Añadir 2 gotas de solución de fenolftaleína. Quedará incoloro
- Añadir gota a gota solución de amoníaco al 5% hasta que la coloración rosa persista
- Añadir una gota de ácido fosfórico H_3PO_4 para neutralizar el exceso de amoníaco. Para comprobar que el pH queda entre 7 y 8, añadir una gota de la mezcla a un papel indicador

Dejar reposar 24 horas hasta aparición de precipitado

- Sifonar al máximo posible la parte acuosa y dejar el precipitado
- Recoger el precipitado en tubos de centrifugadora y centrifugar para eliminar la fase sobrenadante
- Disolver el precipitado en 5 cc de ácido fórmico puro al 85%
- Centrifugar de nuevo si fuera necesario
- Trasvasar el precipitado a un matraz de 50 cc y enrasar con agua destilada
- Mezclar y dejar reposar 30 minutos
- Efectuar la lectura en el espectrómetro a $\lambda = 380$ nm

Expresión De Los Resultados

Dividiendo la cantidad encontrada por 10, la curva da directamente la cantidad de urocromo en mgr/l de agua

PRÁCTICA 32. DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO5)

Método de la dilución

Los métodos de dilución tienen por principio establecer una dilución del agua rica en materias orgánicas con agua que aporte el oxígeno disuelto en que se mida la cantidad residual, en condiciones operatorias bien determinadas.

Principio

La demanda bioquímica de oxígeno se define como la cantidad de oxígeno consumido en las condiciones del ensayo, es decir, después de incubación durante 5 días a 20° C y en la oscuridad, para ciertas materias presentes en el agua, principalmente para asegurar su degradación por vía biológica. La medida de la cantidad de oxígeno consumido se sigue en una solución inoculada o no.

Reactivos

Agua destilada

De un contenido de cobre de menos de 0,01 mg/l, exenta de cloro y cloraminas

Agua de inoculación

Formada por un agua residual urbana reciente, filtrada en un filtro de papel plegado, tomada en un colector de una zona residual sin contaminación industrial significativa.

Agua de río (No la usamos)

Tomada varios km aguas debajo de una aglomeración y estabilizada por aireación forzada durante 24 horas, tomando todas las precauciones útiles para no contaminarla, especialmente por adición de materias orgánicas, oxidantes o reductoras, o de metales

Solución de fosfatos

Monohidrógeno fosfato sódico $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,2123 gr

Dihidrógeno fosfato de potasio KH_2PO_4 0,07 gr

Agua destilada hasta enrase 25 cc

Homogeneizar perfectamente la solución

Solución de sulfato magnésico MgSO_4 de 20 gr/l

En caso de no tener sulfato magnésico, utilizaremos cloruro magnésico MgCl_2

Cloruro magnésico MgCl_2 0,5 gr

Agua destilada hasta enrase 25 cc

Solución de cloruro cálcico CaCl_2 de 25 gr/l

Cloruro cálcico CaCl_2 0,625 gr

Agua destilada hasta enrase 25 cc

Solución de cloruro de hierro FeCl_2 de 15 gr/l

Cloruro de hierro FeCl_2 0,375 gr

Agua destilada hasta enrase 25 cc

Solución de cloruro amónico NH_4Cl de 2 gr/l

Cloruro amónico NH_4Cl 0,05 gr

Agua destilada hasta enrase 25 cc

Preparación del agua de dilución

En un matraz de 1 litro, introducir sucesivamente:

Solución de fosfatos 5 cc

Solución de cloruro magnésico MgCl_2 1cc

Solución de cloruro cálcico CaCl_2 1 cc

Solución de cloruro férrico FeCl_2 1 cc

Solución de cloruro amónico NH_4Cl 1 cc

Agua destilada hasta enrase 1 litro

- Mantener esta solución a 20° C y airear, procurando evitar toda contaminación por metales, materias orgánicas, oxidantes o reductoras
- Detener la aireación cuando la solución contenga 8 mg/l de oxígeno disuelto
- Dejar en reposo durante 12 horas manteniendo el recipiente destapado
- Añadir 5 cc de agua de inoculación de esta solución

Procedimiento

- Introducir un volumen conocido de agua a analizar en un matraz aforado
- Completar con agua de dilución
- Homogeneizar
- Verificar que el pH está comprendido entre 6 y 8
- En caso contrario preparar una nueva dilución llevando el pH a un valor próximo a 7 por adición de sulfúrico H_2SO_4 o hidróxido sódico NaOH y después ajustar el volumen
- Llenar completamente un frasco con esta solución
- Taparlo sin que entren burbujas de aire
- Preparar una serie de diluciones sucesivas tale que el consumo de O_2 esté próximo al 50% del contenido inicial (en nuestro caso hicimos diluciones 1/20, 1/40, 1/60 y 1/80)
- Conservar los frascos a 20° C y en la oscuridad
- Medir el oxígeno disuelto por el método de Winkler subsistente al cabo de 5 días
- Practicar un ensayo testigo determinado de oxígeno disuelto en agua de dilución (agua destilada inoculada o de río)

- Tratar 2 matraces llenos de esta agua como se ha indicado anteriormente
- Determinar el oxígeno disuelto por el método de Winkler
- En el curso de este ensayo testigo, el consumo de oxígeno debe situarse entre 0,5 y 1,5 gr/l
- En caso contrario, la inoculación con agua destilada no es conveniente y se necesita modificar la preparación

Interpretación De Los Resultados

D0 Contenido de O₂ en mg/l de agua de dilución al principio del ensayo

D5 Contenido medio de O₂ en mg/l de agua de dilución al cabo de 5 días de incubación

T0 Contenido de O₂ en mg/l de una de las diluciones de la muestra al principio del ensayo

T5 Contenido de O₂ en mg/l de una de las diluciones de la muestra al cabo de 5 días de incubación

F Factor de dilución tal que:

$$0,4 T_0 < T_0 - T_5 < 0,6 T_0$$

La DBO₅ expresada en mg de O₂ /litro es:

$$DBO_5 = F(T_0 - T_5) - (F - 1) (D_0 - D_5)$$

&Estas disoluciones las preparó un solo grupo el día de prácticas

&Estas disoluciones las preparó un solo grupo el día de prácticas, el resto las preparamos todos

&Estas disoluciones las preparó un solo grupo el día de prácticas, el resto las preparamos todos

&Estas disoluciones las preparó un solo grupo el día de prácticas

&Estas disoluciones las preparó un solo grupo el día de prácticas

&Estas disoluciones las preparó un solo grupo el día de prácticas

Prácticas de Aguas de Uso y Consumo

$$V_m = \frac{23,3 + 14,8 + 13,6}{3} = \frac{51,7}{3} = 17,2 \text{ } ^3\text{cc}$$

$$\text{Dureza muestra} = \frac{2V}{10} = \frac{2 \cdot 17,2 \text{ } ^3}{10} = 3,4467 \text{ meq/l}$$

$$V_g = \frac{7,2 + 6,9 + 7,1}{3} = \frac{21,2}{3} = 7,067 \text{ cc}$$

$$\text{Dureza grifo} = \frac{2V}{10} = \frac{2 \cdot 7,067}{10} = 1,413 \text{ meq /l}$$

$$x = \frac{62}{14} a = 4,43a$$

$$x = 0,504 \text{ gr}$$

$$x = 0,397 \quad 0,4 \text{ cc}$$

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{pm}} ; \text{ gr} = M \cdot V_{\text{pm}} = 0,1 \cdot 0,05 \cdot 248,13 = 1,24 \text{ gr}$$

$$S_2O_3^{2-} 0,1N = 0,1 \frac{\text{meq}}{\text{litro}}$$

$$n \text{ meq } S_2O_3^{2-} = n \text{ meq } I_2 = n \text{ meq } Cl_2$$

$$0,1 \frac{\text{meq}}{\text{cc}} \cdot V_{\text{cc}} = \text{meq } S_2O_3^{2-} = X \text{ meq } Cl_2 \quad \frac{35,5 \text{ mgr}}{1 \text{ meq}} = V \cdot 35,5$$

$$X = 35,5 \quad V = \text{mgr/l } Cl_2$$

$$V = 4,3$$

$$X = 35,5 \cdot 4,3 = 153,83 \text{ mgr/l } Cl_2$$

$$N = M \cdot \text{valencia} ; M = \frac{N}{\text{val}} = \frac{0,1}{5} = 0,02 \text{ Molar } KMnO_4$$

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{pm}} ; \text{ gr} = 0,02 \cdot 0,1 \cdot 158 = 0,316 \text{ gr } KMnO_4$$

$$N \cdot V = N \cdot V ; 0,1 \cdot V = 0,01 \cdot 100 ; V = 12,5 \text{ cc } KMnO_4 \text{ N/10}$$



Violeta

Incoloro



Pasando