

TITULACIÓN REDOX DETERMINACIÓN DE LA DQO POR RETROCESO CON REDUCTOR SAL DE MOHR (Fe^{2+} o FeSO_4)

Objetivo/s

La **DQO Demanda Química de Oxígeno** es un parámetro que mide la cantidad de sustancias susceptibles de ser oxidadas por medios químicos que hay disueltas o en suspensión, en una muestra de agua contaminada (**grado de contaminación**).

Podría 'sustituir' a la DBO (Demanda Biológica de Oxígeno), sobre todo en aguas que se supone muy rica en contaminantes orgánicos y con muy pocos reductores inorgánicos. Siendo esta última, que aunque simula mejor el proceso bioquímico natural, mucho más engorrosa y lenta de hacer.

Previamente el **agua contaminada reductora** orgánica se le trata durante un tiempo con una solución de moles conocida del oxidante fuerte **dicromato potásico $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$** , en EXCESO y en medio ácido. Los moles de oxidante dicromato que no se hayan reducido con el agua reductora contaminante, se valoran finalmente con la solución de sal de mohr (sulfato ferroso-amónico) que contiene el reductor Fe^{2+}). Es una valoración por retroceso.

$$\text{moles reductores MUESTRA} = \text{moles oxidante } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ (REACCIONADO)}$$

$$\begin{aligned} \text{moles oxidante } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ (REACCIONDO)} &= \\ &= \text{moles oxidante } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ (EXCESO)} - \text{moles} + \text{moles reductores } \text{FeSO}_4 \end{aligned}$$

NOTA.- esta práctica esta descrita para un agua contaminada "ideal", considerando que no hay otros reductores que puedan interferir en el análisis, como por ejemplo, cloruros,... Cuando ocurra eso, caso más común en análisis de aguas de control de calidad, hay que hacer uso de otros reactivos para evitar interferencias. Es ese caso, es mejor hacer uso de una NORMA regulada.

Material

Equipo de titulación con refrigerante: matraz de cuello redondo esmerilado con refrigerante adaptado, trozos de cerámica, soporte-pinzas-nuez, pipeta aforada de 25 ml, bureta de 50 ml, probeta de 100 ml,

Solución valorante de sal de Mohr $0,1\text{M}$, FeSO_4 $0,25\text{ M}$, solución de dicromato potásico $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ $0,25\text{ M}$, solución de ácido sulfúrico al 10 % (aprox.).

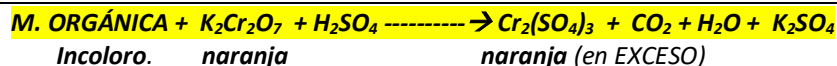
Procedimiento y montaje

1) Llenar la bureta con solución valorante de sal de Mohr (Fe^{2+}) $0,1\text{ M}$

2) Pipetear 25 ml de solución MUESTRA de agua contaminada en un matraz de cuello redondo esmerilado de 25 ml. Después se añade 10 ml de solución de dicromato potásico $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ $0,25\text{ M}$ (EXCESO)

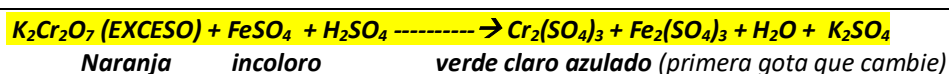
NOTA.- el concepto EXCESO aquí significa que, como depende del grado de contaminación que tenga, esta cantidad la tendremos que aumentar si es grande; es el caso que al echar y después del tiempo de reacción no siga de color naranja. Entonces habrá que probar con mayor volumen de oxidante..

3) Ahora, se le echa 30 ml de solución de **ácido sulfúrico al 10 %** realizada en una probeta de 100 ml, y se colocan unos trozos de cerámica. Se acopla un refrigerante arriba bien sujetado (soporte-pinzas-nuez) y se deja a ebullición homogénea durante 2 horas, bajo refrigeración a reflujo.



4) Después de ese tiempo, se deja enfriar y se deja más o menos con una cantidad de dos dedos, haciendo uso de agua destilada si es necesario.

5) Titula con la solución de **valorante de sal de Mohr**. Se cierra la llave, o sea paramos la reacción en el momento de que una sola gota cambie el color del **naranja** a **verde claro azulado**, es indicativo de que hemos llegado al punto de equivalencia,



6) Repetir, a ser posible lo anterior hasta resultados concordantes

RECOLECCIÓN DE DATOS BRUTOS

Nº de titulación	1	2	3	4	Promedio
Volumen de solución titulante de FeSO ₄					

Solución valorante: $V = \underline{\hspace{2cm}}$ ml; $M. = 0,25 \text{ M}$

Solución muestra: $V = 25 \text{ ml}$; M_{MUESTRA} INCOGNITA

PROCESAMIENTO DE DATOS

$$\text{moles reductores MUESTRA} = \text{moles oxidante K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (\text{REACCIONADO})$$

$$\begin{aligned} \text{moles oxidante K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (\text{REACCIONDO}) &= \\ &= \text{moles oxidante K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (\text{EXCESO}) - \text{moles + moles reductores FeSO}_4 \\ 25 \cdot 10^{-3} \cdot M_{\text{MUESTRA}} &= 0,25 \cdot 10 \cdot 10^{-3} - 0,25 \cdot \underline{\hspace{2cm}} \cdot 10^{-3} \end{aligned}$$

Análisis de datos

¿Cuál es la **concentración molar y mg/l** de una MUESTRA reductora de agua contaminada si 25 ml de la misma gastan $\underline{\hspace{2cm}}$ ml de solución valorante de **FeSO₄ 0,25 M**

NOTA.- por convenio, para convertir M_{MUESTRA} en g/l hay que multiplicar por la masa molar la del oxígeno O₂ (32 g/mol)

PRESENTACIÓN DE DATOS PROCESADOS

$$M_{\text{muestra}} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol.l}^{-1}$$

$$\text{mg/l} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ g.l}^{-1}$$

Nombre agua de contaminación	DQO
Agua de un rio	
Agua de la entrada a una depuradora	
Agua a la salida de una depuradora	

