1. OBJETIVO

Determinar el análisis de DQO expresada como la cantidad de oxigeno requerido para oxidar la materia orgánica en una muestra de agua.

2. ALCANCE

Este método de análisis aplica a muestras de aguas residuales domesticas e industriales, aguas superficiales, lluvias y subterráneas.

Esta técnica se aplica en el GLCA para el recurso hídrico superficial; el rango de aplicación es de: 10 – 10.000 mgO_2/L.

En la tablas 1 y 2 se observan los resultados obtenidos en la validación del método:

Tabla 1. Resultados Validación del Método para Tubos de Digestión de Vidrio Borosilicato 16 × 100 mm.

NOMBRE DEL METODO:	**Demanda Química de Oxigeno por Reflujo Cerrado y Volumetría**		
FECHA DEL INFORME DE VALIDACIÓN:	31/03/06		
PARÁMETRO	**VALOR**	**UNIDADES**	**OBSERVACION**
LIMITE DE DETECCION	10	mg O_2/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION 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

Tabla 2. Resultados Validación del Método para Tubos de Digestión de Vidrio Borosilicato, de 25 × 150 mm (50 mL).

NOMBRE DEL METODO:	**Demanda Química de Oxigeno por Reflujo Cerrado y Volumetría**		
FECHA DEL INFORME DE VALIDACIÓN:	28/12/07		
PARÁMETRO	**VALOR**	**UNIDADES**	**OBSERVACION**
LIMITE DE DETECCION	2.0	mg O_2/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION 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

NOMBRE DEL METODO:	**Demanda Química de Oxigeno por Reflujo Cerrado y Volumetría**		
FECHA DEL INFORME DE VALIDACIÓN: 28/12/07			
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
	101.6	%	Para un nivel de concentración de 10 mg O_2/L

3. 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
- Conc = Concentración
- Dil =Dilución
- Aprox = Aproximadamente

4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo: bata, guantes para laboratorio, respirador para ácidos, gafas protectoras y zapatos antideslizantes.

La solución de digestión contiene sustancias toxicas como dicromato de potasio y sulfato de mercurio, manipular usando todos los elementos de seguridad del caso.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis, desechar los residuos en la caneca de residuos que se encuentra marcada como residuos de DQO.

Nota IMPORTANTE: En el momento de adicionar el reactivo de ácido sulfúrico a los tubos de ensayo es obligatorio usar una careta de seguridad.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 EQUIPOS

- Bureta digital
- Agitador magnético
- Bureta de vidrio
- Balanza analítica
- Microdigestor para micro DQO

5.1.1 Verificación de Equipos

- Verificar la balanza analítica con las masas antes de realizar cualquier pesaje.
- Verificar que la temperatura del microdigestor se encuentre a 150°C, antes de proceder con la digestión de las muestras.
- Verificar la microbureta antes de iniciar la titulación de las muestras como se indica en el instructivo "Manejo de la Bureta Digital Metrohm-Dosimat 775
- Verificar el volumen dispensado por la transferpipeta con capacidad de 10 mL para la solución de dicromato de potasio

5.2 REACTIVOS

- **Agua Ultrapura**

- **Solución de Digestión, 0,0167M ó 0.1 N**: 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 disolver 4,913 g del dicromato de potasio anhidro, en unos 500 mL de agua UP, agregar muy lentamente 167 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y 33,3 g de sulfato mercúrico ($HgSO_4$) grado reactivo, agitar con varilla de vidrio hasta que se disuelva y esperar que se enfríe a temperatura ambiente, completar en balón volumétrico de 1000 mL. Almacenar en botella ámbar a temperatura ambiente.

- **Reactivo de Ácido Sulfúrico:** Preparar por lo menos con una semana de anticipación. Agregar sulfato de plata (Ag_2SO_4), grado reactivo, 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 (aproximadamente 545 mL de ácido). Para fines prácticos puede preparar 2.5 L, adicionando 25.2294 g de Ag_2SO_4 a una botella de 2,5 L de ácido sulfúrico concentrado (como viene en la presentación del 98% de pureza). Dejar en reposo una semana para que se disuelva el Ag_2SO_4. Una vez disuelto, transferir cuidadosamente a la bureta de vidrio dispensadora, con una capacidad de 50 mL.

- **Solución Indicadora de Ferroina:** Disolver 1,485 g de 1,10-fenantrolina monohidratada y 0,695 g de sulfato ferroso heptahidratado ($FeSO_4.7H_2O$) en agua ultrapura y llevar a volumen en balón de 100 mL. Almacenar a temperatura ambiente en frasco de vidrio o de plástico. Usar este indicador mediante frasco gotero.

- **Biftalato Ácido de Potasio (KHP) Estándar:** Triturar ligeramente y secar biftalato de potasio ($HOOCC_6H_4COOK$) a 110ºC hasta peso constante. Disolver 0,2125 g de biftalato de potasio en agua ultrapura y llevar a volumen en un volumétrico de 500 mL. La solución tiene una DQO teórica de 500 mg O_2/L. La

solución es estable por 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** *(*$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$) FAS*,* aproximadamente 0.04 N: Disolver 15,6856 g de FAS en agua desionizada filtrada. Adicionar 20 mL de H_2SO_4 concentrado, grado reactivo lentamente, dejar enfriar y completar en balón volumétrico de 1000 mL. Valorar la solución diariamente con la solución de digestión de $K_2Cr_2O_7$.
- **Solución Titulante de Sulfato Ferroso Amoniacal Hexahidratado** *(*$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$), FAS*,* aproximadamente 0.1 N: Disolver 39,2140 g de FAS en agua ultrapura. Adicionar 20 mL de H_2SO_4 concentrado, grado reactivo lentamente, dejar enfriar y completar en balón volumétrico de 1000 mL. Valorar la solución cada vez que la vaya a utilizar. (contra la solución de digestión de $K_2Cr_2O_7$).
- **Solución de Digestión, 0,04175 M ó 0.25 N:** 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 disolver 12.2825 g del dicromato de potasio anhidro, en 500 mL de agua ultrapura, adicionar **muy lentamente** 167 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y 33,3 g de sulfato mercúrico ($HgSO_4$) grado reactivo, esperar a que se disuelva y dejar enfriar a temperatura ambiente, llevar a volumen en balón volumétrico de 1000 mL. Almacenar en botella ámbar a temperatura ambiente.

- **Solución de Digestión, 0,004175 M ó 0.025 N:** 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 disolver 1.2283 g de dicromato de potasio anhidro, en 500 mL de agua ultrapura, adicionar **muy lentamente** 167 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y 33,3 g de sulfato mercúrico ($HgSO_4$) grado reactivo, esperar a que se disuelva y dejar enfriar a temperatura ambiente, llevar a volumen en balón volumétrico de 1000 mL. Almacenar en botella ámbar a temperatura ambiente.

5.3 MATERIALES

- Balones aforados clase A de 50. 100, 500 y 1000 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 y de 5 mL
- Pipeta Pasteur.
- Microespátula.
- Micropipeta de 1000 µL
- Tubos de digestión, de vidrio borosilicato, de 16 × 150 mm, con tapa rosca con empaque de Teflón y que soporten temperaturas hasta de 200°C.
-

6. 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 $HgSO_4$: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 NO_2^-N/L, esta interferencia es considerada insignificante y usualmente se ignora. Para evitar una interferencia significante 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, manganoso, 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.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente tabla.

Tabla 3. CONTROL DE CALIDAD MÉTODO 5220 C.

Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado en Laboratorio (LFB)	Matriz Fortificada en Laboratorio (LFM) y Duplicado Matriz Fortificada en Laboratorio (LFMD)	Otro
X	X	X	1,2,3

Tomado del SM Tabla 5020: I (1.Pautas adicionales de control de calidad en el método), (2. Se ejecutarán duplicados de la muestra) (3.Consulte 5020B del SM para más Requisitos de control de calidad).

- Los blancos con digestión son blancos de método y el valor promedio se resta de cada muestra analizada en el lote correspondiente.
- Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio y la replicabilidad del método. Analizar 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, repetir el análisis.
- Realizar el duplicado de una muestra al azar. Incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente con cada lote de 20 muestras o menos.
- Realizar por duplicado una muestra adicionada al azar. Incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente con cada lote de 20 muestras o menos.

- Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revisar todo el procedimiento para determinar que ocurrió. 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.
- Llevar los registros de los estándares de control de 50 y 200 mg O_2/L ó 100 y 500 mgO_2/L en la carta de control correspondiente.

8. DESARROLLO

8.1 PRINCIPIO

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.

En éste método, 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 mercúrico ($HgSO_4$) 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.

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

8.2 TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Recolectar 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 (28) días.

Las muestras que contengan sólidos sedimentables deben mezclarse muy bien antes de tomar la alícuota para análisis a fin de homogenizar y obtener una muestra representativa.

8.3 LIMPIEZA DE VIDRIERÍA Y MATERIAL DE CAMPO:

Lavar toda la vidriería con jabón alcalino o con soda al 10%, enjuagar con agua de la llave, posteriormente dejarlo en ácido sulfúrico al 10% por unos 30 minutos y enjuagar con agua destilada.

Utilizar la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad y resérvela únicamente para las determinaciones de DQO. Remitirse al procedimiento relacionado 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.

8.4 EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

8.4.1 Procedimiento de Preparación de Estándares

- A partir de la solución patrón de biftalato de potasio con una DQO igual a 500 mgO_2/L, preparar estándares de las siguientes concentraciones 50, 100 y 200 mgO_2/L.
- Para preparar el estándar de 50 mgO_2/L tomar 5 mL de la solución de 500 mgO_2/L de DQO y llevar a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura.
- Para preparar el estándar de 100 mgO_2/L tomar 10 mL de la solución de 500 mgO_2/L de DQO y llevar a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura.
- Para preparar el estándar de 200 mgO_2/L tomar 20 mL de la solución de 500 mgO_2/L de DQO, y llevar a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura.
- Preparar un estándar de 5.0 mgO_2/L de DQO a partir de la solución estándar de 50 mgO_2/L de DQO. Tomar 5 mL de ésta solución y llevar a volumen en un balón aforado clase A de 50 mL, con agua ultrapura.
- Con cada lote de muestras incluir estándares de control así: de 50 y de 200 mgO_2/L, para muestras que se procesen con dicromato 0,10 N. De 100 y 500 mgO_2/L, para muestras que se procesen con dicromato 0,25 N. y de 10 mgO_2/L, para muestras que se procesen con dicromato 0,025 N.

8.4.2 Procedimiento de Análisis

8.4.2.1 Tratamiento de la Muestra

- **Blancos**: Preparar seis (6) tubos como blancos colocando 2,5 mL de agua ultrapura en un tubo de digestión, adicionar 1,5 mL de solución de digestión y 3,5 mL de reactivo de ácido sulfúrico (este reactivo debe ser dispensado lentamente por la pared del tubo**.**
- Agitar vigorosamente la muestra, transferir a un tubo de digestión, 2,5 mL de muestra, agregar 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 sulfúrico en el fondo del tubo.
- Tapar herméticamente, agitar varias veces utilizando un agitador tipo vórtex, si alguna muestra presenta coloración verdosa o azul, indica que se encuentra fuera de rango de lectura, repetir el procedimiento utilizando dicromato de potasio 0,25 N, titular con sulfato ferroso amoniacal. Tener en cuenta las precauciones.
- Verificar el tipo de muestra, cuando ésta corresponda a un adicionado, no olvidar medir el volumen antes de iniciar el análisis, registrar en el formato y en el envase.

8.4.2.2 Digestión de la Muestra

- Prender el digestor con suficiente anticipación para que éste alcance una temperatura de 150 °C, para colocar las muestras.
- Colocar a digerir tres (3) blancos junto con las muestras y los otros tres (3) dejarlos sin digerir, para valorar la concentración del FAS.
- Colocar los tubos con las muestras, los blancos para digestión y los estándares de control en el microdigestor precalentado a 150°C. Esperar a que se estabilice la temperatura en 150°C y dejar en digestión por 2 horas. Después de este tiempo, sacar los tubos y colocarlos en una gradilla para que se enfríen a temperatura ambiente.
- Transferir cuantitativamente el contenido de cada tubo a un erlenmeyer marcado con el número de muestra, blanco o control. Usar agua ultrapura para enjuagar los tubos

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

8.4.2.3 Valoración del Titulante.

- **Valoración del FAS**: Tomar cada uno de los blancos no digeridos, transferirlos cuantitativamente a un erlenmeyer de 125 mL, enjuagar el tubo varias veces con agua ultrapura y verter el contenido a un erlenmeyer.
- Adicionar 2 gotas de indicador de ferroina, mezclar rápidamente con el agitador magnético.
- Titular con el FAS aprox 0,04 N (si se usó dicromato 0.025 N ó 0.10 N) o aprox. 0.10 N (si se usó dicromato 0.25N). El punto final de la titulación es un cambio de color de azul verdoso a café rojizo permanente.
-

$$\text{Normalidad del FAS} = \frac{\text{Volumen } (K_2Cr_2O_7) \times \text{Normalidad } (K_2Cr_2O_7)}{\text{Volumen (FAS) promedio}}$$

Volumen de Dicromato = 1.5 ó 6 mL, según la variante del método.
Concentración del Dicromato de Potasio: 0.025 ó 0.10 N, ó 0.25 N

8.4.2.4 Titulación de muestras.

8.4.2.4.1 Titulación de Blancos:

Tomar los tubos de los blancos digeridos y realizar el mismo procedimiento de titulación que el efectuado para la titulación del FAS.

8.4.2.4.2 Titulación de las Muestras:

Tomar los tubos de las muestras y estándares de control y realizar 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 el indicador de 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 diluir la muestra. Desechar los residuos en la caneca rotulada desechos de DQO ubicada debajo del mesón del área de DQO.

8.4.5 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), calcular el promedio y la desviación estándar.

Calcular el T como: T = (Xalto – Xpromedio)/s para un valor alto.
T = (Xpromedio – Xbajo)/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 revisar el procedimiento de estandarización de métodos analíticos.

Realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{DQO como mg } O_2/L = \frac{(A - B) \text{ x } N \text{ x } 8 \text{ x } 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

A = Volumen promedio (en mL) de FAS que se gastó para los blancos digeridos
B = Volumen (en mL) de FAS que se gastó para la muestra
N = Normalidad del FAS
8 = Peso equivalente del Oxígeno.

Cuando el resultado de un análisis sea menor que 10 mg O_2/L, registrar en el formato el valor como < 10 mg/L.

Registrar los resultados de los controles con números enteros en la carta de control correspondiente y verificar que los valores se encuentren dentro de los límites de alerta.

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 5220 C. 22 ed., New York, 2012.

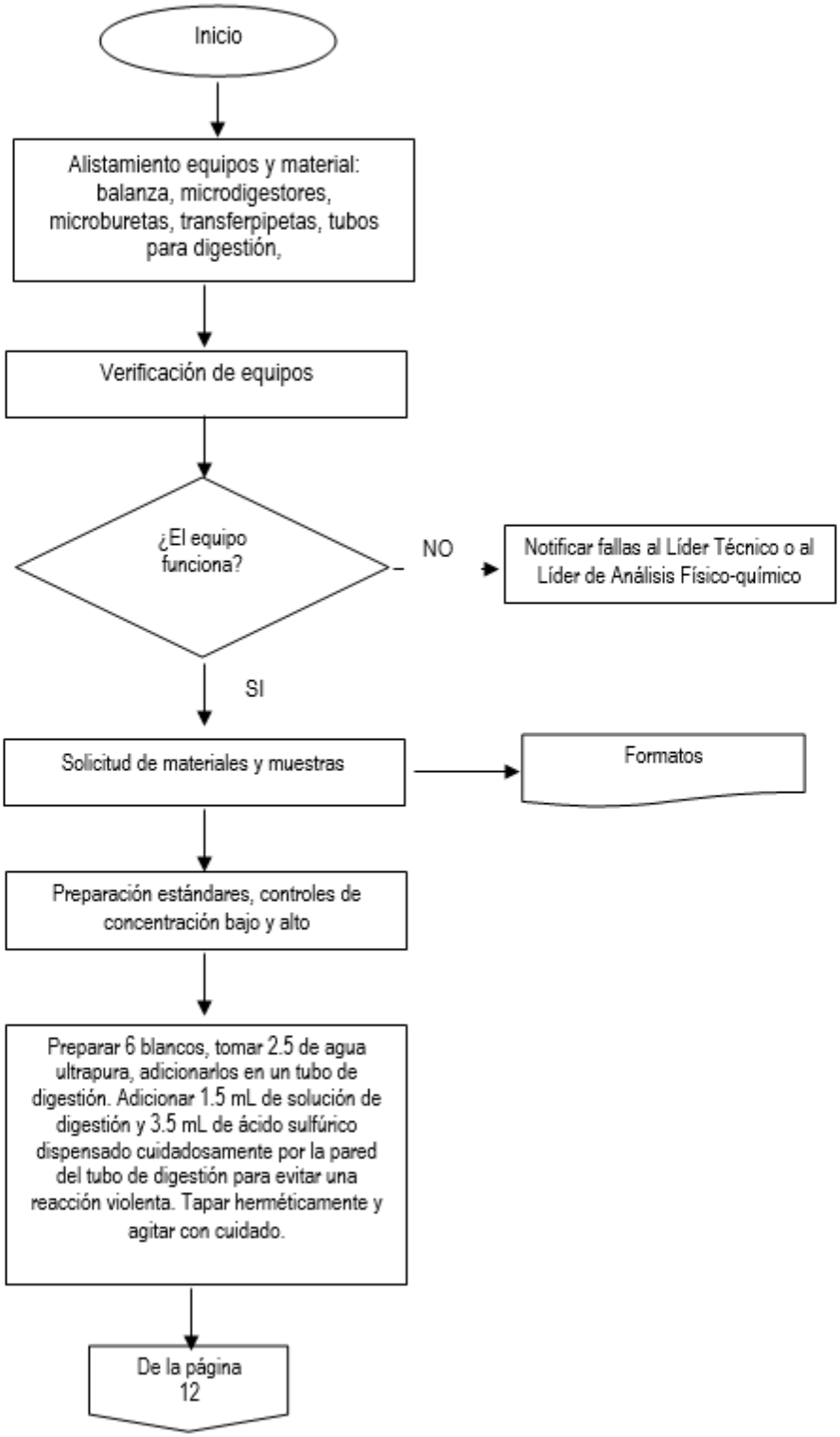
- Instructivo Lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.
- Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio
- Aseguramiento de calidad.
- Verificación y auditoria de datos analíticos
- Aseguramiento de control de calidad analítica
- Solicitud de muestras para análisis
- Solicitud de reactivos, vidriería y materiales
- Rótulos de reactivos

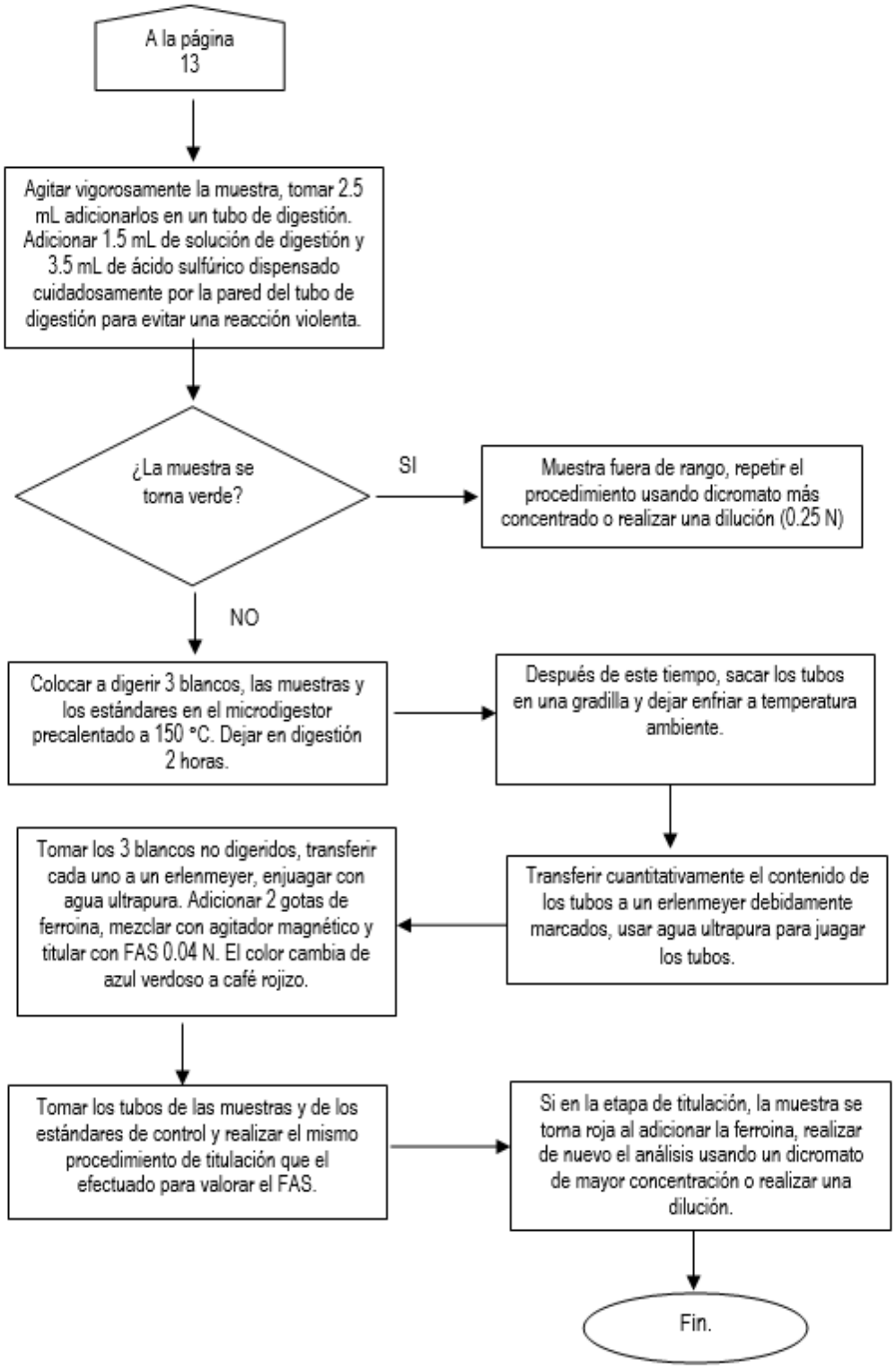
11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
Adriana Dueñas Moreno Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Carlos Martín Velásquez Ramírez** Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Nelson Omar Vargas Martínez** Subdirector de Hidrología

ANEXO 1. Diagrama




A la página 13
Agitar vigorosamente la muestra, tomar 2.5 mL adicionarlos en un tubo de digestión. Adicionar 1.5 mL de solución de digestión y 3.5 mL de ácido sulfúrico dispensado cuidadosamente por la pared del tubo de digestión para evitar una reacción violenta.
¿La muestra se torna verde?
SI
Muestra fuera de rango, repetir el procedimiento usando dicromato más concentrado o realizar una dilución (0.25 N)
NO
Colocar a digerir 3 blancos, las muestras y los estándares en el microdigestor precalentado a 150 °C. Dejar en digestión 2 horas.
Después de este tiempo, sacar los tubos en una gradilla y dejar enfriar a temperatura ambiente.
Transferir cuantitativamente el contenido de los tubos a un erlenmeyer debidamente marcados, usar agua ultrapura para juagar los tubos.
Tomar los 3 blancos no digeridos, transferir cada uno a un erlenmeyer, enjuagar con agua ultrapura. Adicionar 2 gotas de ferroina, mezclar con agitador magnético y titular con FAS 0.04 N. El color cambia de azul verdoso a café rojizo.
Tomar los tubos de las muestras y de los estándares de control y realizar el mismo procedimiento de titulación que el efectuado para valorar el FAS.
Si en la etapa de titulación, la muestra se torna roja al adicionar la ferroina, realizar de nuevo el análisis usando un dicromato de mayor concentración o realizar una dilución.
Fin.