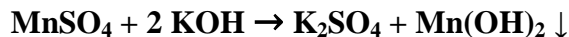


DIOXÍGENO DISUELTO

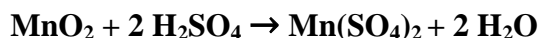
En la primera etapa del procedimiento se agregan a la muestra dos soluciones, las cuales contienen sulfato de manganeso (II) (MnSO_4 , solución 1) y ioduro de potasio (KI) en medio básico (NaOH), solución 2. Con la adición de estas dos soluciones, se forma un precipitado blanco (hidróxido de manganeso (II)) según la siguiente ecuación:



Si hay dioxígeno disuelto en el agua de la muestra, el manganeso (II) presente en el MnSO_4 (Mn(II)) es oxidado a Mn (IV) por lo que el color del precipitado se torna marrón debido a la formación de óxido de manganeso (IV):



La reacción anterior es algo lenta por lo que se requiere agitar y esperar, tal como indica el procedimiento. Luego de esta reacción, el matraz contiene precipitado blanco de hidróxido de manganeso (II), Mn(OH)_2 , y una cierta cantidad de precipitado marrón de óxido de manganeso (IV) que proviene de la reacción con dioxígeno. La cantidad de óxido de manganeso (IV) formado es la que interesa entonces determinar. Al agregar ácido sulfúrico, H_2SO_4 , el medio se torna ácido y el precipitado de óxido de manganeso (IV) se disuelve formando sulfato de manganeso (IV), ($\text{Mn(SO}_4)_2$):



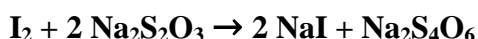
En este momento, el sulfato de manganeso (IV) formado se reduce a sulfato de manganeso (II) oxidando al yoduro de potasio (KI) agregado al inicio a yodo (I_2), de acuerdo a la siguiente ecuación:



En la solución obtenida luego de agregar el ácido sulfúrico se tiene entonces una cierta cantidad de yodo que proviene directamente del dioxígeno disuelto en el agua (que formó manganeso (IV) a partir del que se formó el yodo; el manganeso (II) no reacciona con yoduro de potasio).

El yodo producido en esta última reacción debe ser entonces medido para determinar indirectamente la cantidad de dioxígeno que había en la muestra. Para hacerlo, se necesita indicar la presencia de yodo mediante un reactivo indicador que se colorea en presencia de él.

El almidón forma con el yodo un complejo de color azul intenso. Entonces, si se agrega un reactivo que reaccione con yodo en presencia de almidón, el color azul disminuirá al desaparecer el yodo. Cuando se haya agregado exactamente la cantidad necesaria de reactivo que haga reaccionar todo el yodo, la solución se decolorará y así determinaremos el punto en el cual ha reaccionado todo el yodo. Esta es entonces una forma de determinar la cantidad de yodo formada que a su vez se relaciona con el dioxígeno que había en la muestra. El yodo se puede titular de esta forma empleando una solución de tiosulfato de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



La cantidad de yodo (I_2) liberada es entonces químicamente equivalente al oxígeno (O_2) presente en la muestra.

Materiales

1. Frasco de plástico de 100 mL con tapa
2. Bandeja de telgopor
3. Pipetas Pasteur
4. Matraz Erlenmeyer
5. Probeta de 50 mL
6. Bureta de 10,00 mL y soporte
7. Vaso de bohemia de 50 mL
8. Soluciones 1, 2, 3 y 4
9. Ácido sulfúrico concentrado
10. Pipeta aforada de 50,00 mL

Procedimiento

Preparación de soluciones *Esta etapa puede hacerse en una instancia anterior al análisis de la muestra.*

Solución 1. En un vaso de Bohemia, agregar 50 mL de agua destilada y 1 mL de ácido sulfúrico concentrado. Verter la mezcla en el frasco etiquetado como “Solución 1” que contiene 16,25 g de sulfato de manganeso pentahidratado ($\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Agitar bien hasta que el sólido se disuelva completamente (durante este proceso la mezcla aumenta su temperatura). El ácido sulfúrico es un ácido fuerte por lo que debe ser manipulado con cuidado usando *lentes de seguridad* y *guantes*.

Solución 2. Agregar 50 mL de agua destilada al frasco etiquetado como “Solución 2” que contiene 6,75 g de yoduro de potasio (KI) y 25,0 g de hidróxido de sodio (NaOH). Agitar bien hasta que los sólidos se disuelvan completamente (durante este proceso la mezcla aumenta su temperatura). El hidróxido de sodio es una sustancia muy corrosiva, tiene que ser manejada siempre con mucho cuidado usando *guantes* y *lentes de seguridad*.

Solución 3. Solución de **almidón soluble indicador**. Hacer una pasta colocando aproximadamente 400 mg de almidón soluble en un vidrio reloj con un poco de agua. Calentar en un vaso de bohemia 200 mL de agua hasta ebullición. Adicionar la pasta al agua hirviendo lentamente y continuar calentando suavemente durante 10 minutos agitando en forma alternada. Enfriar y transferir a un recipiente bien tapado.

Solución 4. Preparar 500,00 mL de una solución de concentración exacta denominada “Solución 4” que contiene 1,24 g tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Determinación de dióxigeno en la muestra

1. Llenar completamente el frasco de 100 mL con la muestra de agua y tapar sin dejar burbujas de aire. Colocar el frasco sobre la bandeja de telgopor antes de realizar los siguientes agregados.
2. Agregar 1 mL de **solución 1** con pipeta Pasteur por debajo de la superficie del líquido (sumergiendo la pipeta hasta el fondo). Verás que parte del agua que estaba en el frasco se derramará sobre la bandeja.
3. Agregar, de la misma manera, 1 mL de **solución 2**. Comenzará a observarse la formación de un precipitado de color marrón.
4. Tapar el frasco sin dejar burbujas de aire (se volcará una pequeña cantidad del contenido del frasco sobre la bandeja). Mezclar vigorosamente durante 20 segundos.
5. Dejar sedimentar el precipitado durante 5 minutos y volver a mezclar vigorosamente. Dejar sedimentar el precipitado nuevamente por otros 5 minutos.
6. Destapar el frasco y agregar 1 mL de **ácido sulfúrico concentrado** con una pipeta Pasteur por encima de la superficie del líquido (esta vez no hay que sumergir la pipeta).
7. Tapar nuevamente el frasco sin dejar burbujas de aire (se volcará una pequeña cantidad del contenido del frasco).
8. Mezclar vigorosamente hasta disolver por completo el precipitado formado.
9. Con una pipeta aforada medir 50,00 mL de esta solución y colocarla en un matraz Erlenmeyer.
10. Agregar 1 mL de **solución 3** usando una pipeta Pasteur.
11. Llenar la bureta con la **solución 4** hasta el enrase.
12. Titular agregando gota a gota desde la bureta la solución 4 hasta la desaparición del color azul.
13. Anotar el volumen de **solución 4** usado para realizar los cálculos.

Cálculos

$$C \text{ (ppm) oxígeno} = V_{\text{Gasto tiosulfato de sodio}} \times 1,6$$

Créditos:

- ✓ Químicad+. (s.f.). *Investigadores del agua*. Facultad de Química, Montevideo: Uruguay. Recuperado de: <http://www.qdm.fq.edu.uy/agua/guia-agua.pdf>
- ✓ Lazzerini, S. y Sulé, P. (2001). *Guía básica. Laboratorio de Química de Educación Media*. Montevideo, Uruguay: ANEP.