



NORMA TÉCNICA

L5.511

Fev/1984
4 PÁGINAS

Tratamento biológico de efluentes industriais - coleta e preservação de amostras para determinação de oxigênio dissolvido (OD) em água: procedimento

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
Avenida Professor Frederico Hermann Jr., 345
Alto de Pinheiros CEP 05459-900 São Paulo SP
Tel.: (11) 3133 3000 Fax.: (11) 3133 3402

[http: // www . cetesb . sp . gov . br](http://www.cetesb.sp.gov.br)

1 Objetivo

1.1 Esta Norma prescreve o procedimento de coleta e preservação de amostras de água para determinação de oxigênio dissolvido (OD), pelo método de Winkler.

1.2 Esta Norma se aplica a amostras coletadas em sistemas de tratamento biológico de efluentes industriais.

2 Definições

2.1 Oxigênio dissolvido (OD)

Quantidade de oxigênio que se encontra dissolvido num esgoto, água ou outro líquido. Geralmente é expresso em miligramas por litro ou em porcentagem (%) do nível de saturação.

2.2 Preservação (de amostra)

Ato de manter uma amostra, durante um intervalo de tempo, em condições que não alterem a característica que se deseja conhecer, seja pela adição de agentes preservantes (preservativos), seja através de condições físicas favoráveis, ou ambas.

3 Condições Gerais

3.1, Aparelhagem

- Garrafa coletora para OD, de PVC rígido, modelo CETESB (ver anexo) ou de aço inoxidável, modelo APHA modificado;
- Frasco de vidro, de 250 - 300 ml, de boca estreita, com tampa esmerilhada (frasco para DBO);
- Pipetas volumétricas de 2 ml;
- Frasco de vidro, de 1000 ml, de boca estreita, com tampa esmerilhada;

3.2 Reagentes

3.2.1 Solução de sulfato de cobre-ácido sulfâmico: dissolver 32 g de ácido sulfâmico ($\text{NH}_2 \text{SO}_2\text{OH}$), sem aquecimento, em 475 ml de água destilada. Dissolver 50 g de sulfato de cobre ($\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) em 500 ml de água destilada. Misturar as duas soluções e adicionar 25 ml de ácido acético concentrado.

3.2.2 Solução de sulfato manganoso: dissolver 364 g de $\text{Mg SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ p.a., ou 400g de $\text{Mg SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a ou 480g de $\text{Mg SO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ P.a em água destilada, filtrar e diluir a 1000 ml.

3.2.3 Reagente alcali-iodeto-azida: dissolver 500 g de NaOH p.a. e 150 g de KI p.a. em água destilada e diluir a 900 ml, banho de água fria ou gelo. Adicionar 10 g de NaN_3 p.a. previamente dissolvidos em 40 ml de água destilada. Completar o volume a 1 l.

3.3 Cuidados gerais na coleta de amostras

3.3.1 Todo material que entra em contato com a amostra deve ser de vidro ou aço inoxidável.

3.3.2 O local, a profundidade e a hora da coleta devem constar do "plano de amostragem" do setor de controle do sistema de tratamento. O coletor deve procurar ser o mais fiel possível ao "plano de amostragem" a fim de obter amostras representativas que forneçam dados comparativos. Na falta de indicação da profundidade da coleta recomenda-se 20 cm, no mínimo, abaixo da superfície da água.

3.3.3 Tomar cuidado para que não haja entrada de ar no frasco nem aeração da amostra, pois isto acarretaria dissolução de oxigênio atmosférico levando a resultados errôneos.

3.3.4 Na etiqueta do frasco da amostra, além das informações normalmente necessárias (local, hora e data da coleta, nome do coletor, etc) deve ainda constar:

- a) tipo de preservação efetuada (modificação do método da Winkler;
- b) se a amostra provém de água que contém agentes oxidantes ou redutores;
- c) qualquer outra informação de utilidade para o químico que fará a determinação do OD.

4 CONDIÇÕES ESPECÍFICAS

4.1 Enxaguar o frasco de DBO três vezes com a água a ser amostrada antes de iniciar a coleta.

4.2 Medir a temperatura da água a ser amostrada.

4.3 Colocar o frasco de DBO dentro da garrafa coletora para OD e mergulhar o conjunto no local escolhido para a tomada de amostra e na profundidade previamente determinada. Retirar o conjunto, e dele o frasco de DBO.

4.3.1 Se a água a ser amostrada contiver flocos biológicos, proceder de maneira diferente, como indicado em 4.3.1.1 a 4.3.1.4.

4.3.1.1 Vazar, no frasco de 1000 ml, 10 ml da solução inibidora sulfato de cobre-ácido sulfâmico.

4.3.1.2 Colocar o frasco dentro da garrafa coletora para OD e mergulhar o conjunto no local escolhido para a tomada de amostra e na profundidade previamente determinada.

4.3.1.3 Retirar o frasco, tampá-lo, misturar seu conteúdo por inversões sucessivas e deixar decantar.

4.3.1.4 Sifonar líquido sobrenadante para o frasco de DBO até enche-lo completamente. O tubo do sifão deve chegar bem próximo ao fundo do frasco de DBO de maneira que o enchimento se faça concomitantemente com a expulsão do ar e sem que haja agitação ou borbulhamento. Daqui por diante, continuar conforme 4.4 até 4.6.

4.4 Imediatamente, adicionar 2 ml de solução de sulfato manganoso seguida de 2 ml de alcali-iodeto azida, tendo o cuidado de imergir a ponta da pipeta no líquido do frasco. Imediatamente fechar bem o frasco sem deixar bolhas de ar no seu interior e agitar.

4.5 Deixar decantar por 3 minutos e agitar novamente.

4.6 Manter em ambiente escuro, à temperatura da amostra até ser ensaiada. O tempo decorrido entre a coleta e a determinação do OD não deve exceder 8 horas (nota).

Nota: A bibliografia consultada indica que a determinação de OD seja processada tão rápido quanto possível e sem exceder 8 horas a contar do instante da coleta. Dificuldades operacionais entretanto, as vezes, têm levado os laboratórios da CETESB a prolongar esse período até 24 h e, nesses casos, não têm sido constatadas variações do teor de OD. Entretanto, por não dispor ainda de dados suficientes a CETESB prefere recomendar, e adotar sempre que possível o período máximo de 8 horas.

