



Universidade  
Católica de Brasília

**MANUAL DE PROCEDIMENTO  
OPERACIONAL PADRÃO**

**LABORATÓRIO DE CARACTERIZAÇÃO  
DE RESÍDUOS**

**ESPAÇOS DE APRENDIZAGENS PRÁTICAS - EAPS**

**Brasília - DF**

**2022**

## **APRESENTAÇÃO**

O Laboratório de Caracterização de Resíduos da UCB está sediado no campus I da Universidade Católica de Brasília no Bloco I, sala I 004/007. Conta com uma área total de Área: 70,20 m<sup>2</sup>, dividida em área de uso comum (com bancadas, pias, tanques, armários e mobiliário). Tem como objetivos atuar tanto em pesquisa e ensino na área de caracterização de resíduos sólidos, líquidos e gasosos. As disciplinas que utilizam este laboratório são: Tratamento de Resíduos Sólidos, Líquidos e Gasosos; Processos e Operações Unitárias; Saneamento Básico e Engenharia de Segurança. Esse espaço também pode ser utilizado para estágio e por alunos que cursam as disciplinas de Projeto (I, II e Final).

## ÍNDICE

<b>1 – OBJETIVO</b> .....	5
<b>2 – RESPONSABILIDADE</b> .....	5
2.1 CURSOS QUE UTILIZAM O LABORATÓRIO: .....	5
2.2 PESSOAS ENVOLVIDAS DIRETAMENTE COM O LABORATÓRIO: .....	5
<b>3 – NORMAS DO LABORATÓRIO</b> .....	6
<b>4 - ATIVIDADES DESENVOLVIDAS</b> .....	6
<b>5 - PROCEDIMENTOS</b> .....	7
5.1 EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL - EPI .....	7
5.2 EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO COLETIVA - EPC .....	7
5.3 HIGIENIZAÇÃO/DESINFECÇÃO .....	8
5.4 5.4 OPERAÇÕES DOS EQUIPAMENTOS .....	8
5.4.1 pHmetro .....	8
5.4.2 Turbidímetro .....	8
5.4.3 Condutivímetro .....	11
5.4.4 Fotômetro De Cloro Residual Livre E Total.....	11
5.4.5 Medidor De Oxigênio Dissolvido.....	11
5.4.6 Balança .....	12
5.4.7 Agitador magnético com aquecimento .....	12
5.4.8 Bomba à vácuo .....	12
5.4.9 Refrigerador .....	13
5.4.10 Banho Maria .....	15
5.5 TÉCNICAS REALIZADAS NO LABORATÓRIO .....	18
5.5.1 Amostragem .....	18
5.5.2 Acondicionamento Das Amostras .....	20
5.5.3 Metodologias De Análises .....	23
Alcalinidade Total .....	24
Cálcio .....	25
Cloreto .....	28
Cloro Livre .....	32
Cobre .....	34
Coliformes .....	36
Condutividade E Sólidos Dissolvidos Totais (Sdt) .....	37
Cor Aparente .....	38
Demanda Bioquímica De Oxigênio - Dbo .....	39
Demanda Bioquímica De Oxigênio – Dbo .....	41
Oxigênio Consumido – Dqo .....	44
Demanda Química De Oxigênio – Dqo .....	46
Detergentes (Surfactantes) .....	47
Dureza .....	49
Ferro Total .....	52
Fluoreto .....	54
Fósforo Total.....	55
Manganês .....	58
Nitrato .....	59
Nitrato .....	63
Nitrito .....	64
Nitrito .....	66
Nitrogênio Amoniacal .....	67

<i>Nitrogênio Total, Orgânico E Tkn</i> .....	68
<i>Óleos E Graxas</i> .....	72
<i>Ortofosfato</i> .....	73
<i>Oxigênio Dissolvido</i> .....	76
<i>Potencial Hidrogeniônico - Ph</i> .....	76
<i>Sólidos Totais, Suspensos E Dissolvidos</i> .....	77
<i>Sulfato</i> .....	79
<i>Turbidez</i> .....	80
<b>5.6 COLETAS, ACONDICIONAMENTO E RECOLHIMENTO DOS RESÍDUOS</b> .....	81
<b>6 - PLANO DE AVALIAÇÃO PERIÓDICA DOS ESPAÇOS</b> .....	113
<b>7 - PLANO DE MANUTENÇÃO E GUARDA</b> .....	113
<b>8 - PLANO DE LIMPEZA E ORGANIZAÇÃO</b> .....	113
<b>9 - AGENDAMENTO PARA AULAS PRÁTICAS</b> .....	113
<b>10 - CONDUTAS A SEREM ADOTADAS EM CASOS DE ACIDENTES</b> .....	113
<b>10.1 CONTATOS DE EMERGÊNCIA</b> .....	114
<b>11 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	114

<b>EMISSÃO</b>		<b>Data:</b> 15/09/2015
<b>Elaboração:</b> Jaidson Fernandes da Silva	<b>Assinatura ou Rubrica</b>	<b>Data:</b> 01/07/2015
<b>Revisão:</b> Tatiana Baptista Alves	<b>Assinatura ou Rubrica</b>	<b>Data:</b> 15/12/2022
<b>Aprovação:</b> Thalita Tormin Almeida Cavalcanti	<b>Assinatura ou Rubrica</b>	<b>Data:</b>

### 1 – OBJETIVO

Descrever de forma simples e objetiva as técnicas, atividades e operações realizadas no laboratório.

### 2 – RESPONSABILIDADE

#### 2.1 Cursos que utilizam o laboratório:

Regular

- Engenharias
- Biologia

#### 2.2 Pessoas envolvidas diretamente com o laboratório:

Coordenador do laboratório

- 
- Técnico do Laboratório: Tatiana Baptista Alves

### 3 – NORMAS DO LABORATÓRIO

- Não é permitida a presença de pessoas não autorizadas no laboratório.
- A chave do laboratório está na responsabilidade do técnico do laboratório e somente será liberada aos alunos e pesquisadores que tiverem autorização.
- É obrigatório o uso de EPI – *Equipamento de Proteção Individual* (jaleco, sapato fechado, e luvas sempre durante a realização de qualquer procedimento além da máscara caso se faça necessário) dentro do laboratório (Portaria da reitoria nº 143 NR06).

- Todos os alunos que utilizarem o laboratório devem ser orientados pelo professor e técnico quanto ao seu funcionamento antes do início das atividades no laboratório quando houver.
- É proibida a entrada e o consumo de qualquer tipo de alimento ou bebida.
- Após os procedimentos realizados no laboratório o aluno deverá deixá-lo limpo e organizado, e verificar se desligou todos os equipamentos que utilizou.

#### 4 - ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

São atividades de rotina do Laboratório de Água

- Desenvolver novas técnicas/tecnologias de análise, amostragem e monitoramento da qualidade da água;
- Consolidar a linha de pesquisa *Avaliação da Qualidade da Água*
- Oferecer condições para o desenvolvimento de atividades de pesquisa e extensão.
- Realizar projetos de pesquisa programados, correspondentes às linhas de pesquisa propostas pela UCB, consideradas prioritárias por serem de interesse a curtos ou a médios prazos para o país, em específico para a região Centro Oeste.
- Prestar de serviços de análises de águas para entidades públicas e privadas, referentes, essencialmente, à regulamentação e normalização, formação científica e técnica, edição de publicações técnicas, desenvolvimento em parcerias de projetos de pesquisa.

Destina-se primordialmente aos estudos e pesquisas da qualidade da água e de áreas afins, executando também, a integração didática científica e de extensão dos cursos de graduação e pós-graduação da Universidade Católica de Brasília. Atenderá sempre que necessário, dentro de suas possibilidades, às disciplinas e/ou professores que necessitarem da sua estrutura.

#### 5 - PROCEDIMENTOS

##### 5.1 Equipamentos de Proteção Individual - EPI

É obrigatório, para todos os usuários do Laboratório de Águas, o uso dos equipamentos de proteção individual (guarda-pó, luvas, óculos de segurança e máscara) durante a realização de quaisquer trabalhos experimentais;

Frequência do uso de cada equipamento de acordo com os riscos das atividades realizadas:

- Luvas: ao fazer coleta, realizar análises ou lavar vidrarias e utensílios.
- Óculos de segurança: ao manipular substâncias que provocam irritação ou quando há risco de contato com os olhos.
- Máscara (Respirador Purificador de Ar): ao manipular substâncias voláteis e tóxicas.

## 5.2 Equipamentos de Proteção Coletiva - EPC

É obrigatório, para todos os usuários do Laboratório de Águas, o uso dos equipamentos de proteção Coletiva (Chuveiro de segurança, lava olhos e capela de exaustão) durante a realização de quaisquer trabalhos experimentais;

A Frequência do uso de cada equipamento será de acordo com os riscos das atividades realizadas.

### □ **Chuveiro de segurança com lava-olhos**

Em caso de acidentes com reagentes diversos deve se direcionar para baixo do chuveiro e puxar a alavanca para que a água caia sobre seu corpo.

No caso de algum reagente entrar em contato com os olhos deve se direcionar ao lavaolhos, abaixar a cabeça deixando os olhos na altura dos jatos de água que saíam quando acionar a alavanca na lateral do equipamento por no mínimo 15 minutos.

Após lavar sair e entrar em contato com a Brigada da Instituição para as devidas providências.

### Capelas de exaustão

Deve ser usada toda vez que o técnico precisar manipular algum reagente volátil ou que a mistura seja perigosa.

### 5.3 Higienização/Desinfecção

- O piso é limpo duas vezes na semana, pelos colaboradores do serviço de limpeza e conservação com desinfetante comum. Se o ambiente apresentar sujidades em suas dependências a limpeza pode ser solicitada fora da escala prevista.
- As bancadas são limpas com álcool 70% ao término de todas as análises. A limpeza geral das mesmas é feita todas as segundas-feiras com detergente multiuso e álcool 70%.
- Equipamentos são limpos semanalmente ou conforme a necessidade.
- A lavagem de vidrarias é realizada com detergente neutro próprio para evitar resíduos (Extran) após as realizações das análises.

### 5.4 OPERAÇÕES DOS EQUIPAMENTOS

#### 5.4.1 pHmetro

- Ligar o pH-metro para que o mesmo estabilize;
- Lavar bem o eletrodo com água destilada e enxugá-lo com papel absorvente tomando cuidado de não friccionar o eletrodo;
- Calibrar o aparelho com a solução tampão de pH 4;
- Retirar a solução lavar o eletrodo e enxugá-lo;  Em seguida colocara solução de pH 7 e fazer a leitura;  Retirar e enxugar novamente o eletrodo.

#### 5.4.2 Turbidímetro

Faça a instalação da bateria:

- a. Para colocar ou substituir as baterias, desligue o aparelho e desenrosque os dois parafusos localizados na parte de trás.
- b. Retire a tampa do compartimento de baterias e coloque as baterias novas prestando atenção nas polaridades.



c. Depois de instalar as novas baterias, feche a tampa do compartimento e aperte de volta os dois parafusos.

- A indicação “LO BAT” aparecerá no canto direito inferior do mostrador quando as baterias estiverem fracas e tiverem de ser substituídas. Ainda assim, o aparelho poderá executar aproximadamente 50 medições.
- A indicação “-BA-” aparecerá no mostrador quando as baterias estiverem fracas demais para executar medições confiáveis. A mensagem aparece por alguns segundos e, então, o medidor se desliga automaticamente. Neste caso, deve-se proceder à troca imediata das baterias. A substituição das baterias deve ser feita em um lugar seguro e somente com o tipo de bateria indicado no manual do produto.
- Ligue o aparelho apertando a tecla “ON/OFF”.

Nota: A data que aparece é a data que foi inserida pelo usuário na última calibração.

- O aparelho vai executar o auto teste exibindo no visor o conjunto completo de imagens. Após o teste o visor muda para a função de medição.
- Quando o visor exibir “- - -”, o aparelho está pronto para fazer a medição.
- Preencha uma cubeta limpa até 0,5 cm a partir da borda com a amostra a ser medida e espere algum tempo para que as pequenas bolhas se desfaçam antes de fechar a tampa.
- Limpe bem a cubeta com o tecido especial sem fiapos, ou lenço de papel bem macio, antes de encaixá-la no compartimento de medição. A cubeta deve estar sem impressões digitais ou outros resíduos de óleo ou sujeira, especialmente na área por onde a luz atravessa (aproximadamente 2 cm a partir da base).
- Coloque a cubeta no encaixe e verifique que a trava da tampa esteja posicionada firmemente no corpo.
- A marca na tampa da cubeta deve estar apontada para o visor.
- Aperte a tecla “READ/” e o visor vai exibir um “SIP” piscante (amostra em andamento). O valor de turbidez deve aparecer em aproximadamente 25 segundos.

O instrumento permite armazenar e exibir a última data de calibração.

- As soluções padrão que podem ser usadas são AMCO-AEPA-1 ou de formazina. Para garantir uma boa calibração limpe bem todos os utensílios de vidros que entrarem em contato com as soluções padrão.

O instrumento deve ser calibrado em empresa certificada a fim de fornecer confiabilidade em suas medições.

- Ligue o aparelho e espere até ver “- - -” no display. Para acertar a data no aparelho, espere aparecer o sinal “- - -” no display, aperte e segure a tecla “DATE/” até a mensagem “MM.DD” aparecer no mostrador.
- Para verificar a data da última calibração, basta apertar a tecla “READ/” por alguns segundos. A função para ajuste da data de calibração está ativada aproximadamente 6 segundos, então a função de calibração para se a tecla não for apertada.
- Aperte a tecla “CAL” uma vez. A mensagem “CAL” vai piscar no mostrador por em 6 segundos o aparelho muda automaticamente para a função de medição.
- Enquanto a mensagem “CAL” ainda estiver piscando, aperte a tecla “CAL” novamente. O aparelho agora está no modo de calibração e as letras “CL” vão aparecer na parte de baixo do mostrador.
- A data da calibração pode ser editada neste momento, apertando a tecla “DATE/”. Para rodar a tela até o número correto, aperte a tecla “READ/”. O parâmetro fornecido no lado esquerdo do mostrador, que fica piscando, refere-se ao mês (MM.DD).
- Aperte a tecla “CAL” uma vez e a palavra “ZERO” aparecerá piscando.
- Pegue o padrão “ZERO FTU” (ou água de diluição livre de impureza) e preencha a cubeta de medição. Encaixe a cubeta na célula de medição e aperte a tecla “CAL”.
- A palavra “SIP” piscando indica que o aparelho está executando a medição. Após aproximadamente 50 segundos, o aparelho vai solicitar o próximo padrão exibindo a mensagem “10.00”.
- Depois de aceito o segundo padrão o aparelho vai exibir o número “500” no mostrador para o padrão que é de 500 FTU.
- Caso queira executar a calibração de três pontos, coloque a cubeta com o padrão de 500 FTU no suporte da cubeta.
- Aperte a tecla “CAL” e as mensagens “SIP” e “CL” vão começar a piscar. Após aproximadamente 30 segundos o sinal “- - -” vai surgir no mostrador e o aparelho está calibrado e pronto para uso.

### 5.4.3 Condutivímetro

- Ligar o aparelho e aguardar a estabilização do mesmo;
- Com o auxílio de uma pisseta, lavar o eletrodo e enxugá-lo com papel absorvente, sem friccionar;
- Introduzir o eletrodo na Solução Padrão Sodium Chloride Standard Solution 10

S/cm e esperar estabilizar;  Retirar o eletrodo.

### 5.4.4 Fotômetro de Cloro Livre e Total

- É possível interromper o procedimento de calibração em qualquer altura, basta pressione as teclas CAL CHECK ou ON/OFF.
- Quando calibrar, só a gama selecionada é que será afetada. Ligue o medidor na tecla ON/OFF.
- Quando o sinal apitar e o mostrador indicar traços, o medidor está pronto.
- Pressione a tecla CAL CHECK e mantenha pressionada durante três segundos para entrar em modo de calibração.
- O mostrador indica “CAL” durante o procedimento de calibração.
- O símbolo “ZERO” a piscar significa que é necessário fazer o zero.
- Coloque a cubeta A do Padrão CAL CHECK™ no suporte da cubeta e certifique-se que está bem posicionada e fechada.
- Pressione a tecla ZERO/CFM e os símbolos da lâmpada, cubeta e detector aparecem no mostrador, dependendo da fase de medição.
- Para alterar a gama, pressione a tecla RANGE/GLP.
- Após alguns segundos o mostrador indica “-0.0-”.
- O medidor está assim pronto para calibração. Quando o símbolo “READ” pisca significa que o medidor está pronto para lêr o padrão de calibração.

### 5.4.5 Medidor de oxigênio dissolvido

- Ligar o oxímetro e aguardar a estabilização, pressionando a tecla **ON/OFF**.
- Calibrar o aparelho com o OXICAL (protetor) e em seguida retirá-lo com cautela.
- Lavar bem o eletrodo com água deionizada e enxugá-lo com papel absorvente tomando cuidado de não friccionar o eletrodo.

Imergir o eletrodo na amostra, e proceder à leitura pressionando **RUN ENTER** e em seguida **READ ENTER**, esperar estabilizar.

- Ao término da leitura o resultado aparecerá no visor do aparelho em mg/L de O<sub>2</sub>.

#### 5.4.6 Balança

- Verificar a voltagem antes de conectar o aparelho à tomada.
- Ligar o estabilizador e posteriormente a balança analítica, aguardando um momento para ela se estabilizar;
- Calibrar o aparelho pressionando a tecla que indique a palavra IsoCal e aguardar o ajuste interno, com as laterais e o teto da balança fechados e sem encostar na bancada ou fazer qualquer movimento nela.
- Antes da pesagem do segundo material em diante é necessário tarar a balança, pressionado a tecla TARE;
- Após o uso desligar a balança e posteriormente o estabilizador.

#### 5.4.7 Agitador magnético com aquecimento

- Verifique se a tensão da tomada é compatível com a tensão do aparelho.
  - Ligue o plug na tomada de força.
  - Colocar sobre a plataforma o recipiente contendo a amostra e a barra magnética, caso utilize a agitação, com o aparelho desligado.
  - Gire o botão referente à ação desejada (aquecimento e/ou agitação):
    - para agitação magnética gire o botão “Potenciômetro de ajuste de velocidade” devagar até chegar à velocidade de trabalho desejada evitando a quebra do recipiente ou derramamento da amostra.
    - para aquecimento gire o botão “potenciômetro de ajuste de aquecimento” na temperatura desejada sem exceder a temperatura máxima do equipamento (220°C).
  - para ambas as funções seguir as instruções anteriores ligando primeiro o botão de velocidade.
- Tomar cuidado com o tipo de recipiente para não riscar a superfície da plataforma.

#### 5.4.8 Bomba a vácuo

- Verifique se a tensão da tomada é compatível com a tensão do aparelho.

Manter uma distância segura ao redor do equipamento devido à alta temperatura.

- Verificar a perfeita instalação do “*Filtro Decantador*” para evitar danos ao equipamento.
- O copo do “*Filtro Decantador*” deve trabalhar com algodão hidrófilo.
- É necessária a utilização de um Trap de segurança para evitar que materiais agressivos contaminem o interior da bomba.
- Se o nível do interior do copo começar a subir durante a operação, o mesmo deverá ser solto para a troca do algodão.
- Gire o copo no sentido horário para soltá-lo e sentido anti-horário para prendê-lo.
- Conectar uma mangueira de silicone (nº 204) com diâmetro interno de 6 mm e parede grossa de 3 mm em um dos terminais traseiros.



2 – Bico de entrada de vácuo.

3 – Bico de saída de pressão.

- Ligue a chave geral.
- Para usar o vácuo conecte a mangueira de silicone (nº 204) no “*Bico de entrada de vácuo*”(2).
- Para usar a pressão conecte a mangueira de silicone (nº 204) no “*Bico de saída de pressão*” (3).
- O “*Registro de retorno*” é utilizado para regulagem da pressão ou vácuo.

#### 5.4.9 Refrigerador

- Verifique se a tensão da tomada é compatível com a tensão do aparelho.
- Nivele o aparelho com a porta fechada, incline-o cuidadosamente e gire os pés niveladores. Retorne ao lugar e verifique com um nível de bolha se está nivelado deixando-o levemente inclinado para trás e se os pés estão firmemente apoiados no chão.
- Faça o aterramento do refrigerador.  Ligue o plugue na tomada de força.  
Não use extensões para ligar o refrigerador e nem apoie o mesmo sobre o cabo de energia.
- Regule o termostato na posição máximo e deixe estabilizar por 2 horas antes de armazenar. Depois regule novamente o termostato para a temperatura mais adequada a temperatura de trabalho.

#### LIMPEZA:

- Desligue o aparelho para fazer a limpeza e não use produtos agressivos como solventes, vinagre ou outros produtos químicos, apenas com solução de água morna e bicarbonato de sódio e em seguida seque cuidadosamente.
- Solução de limpeza: 1 colher de sopa de bicarbonato de sódio em 1 litro de água morna.
- Não use espátulas, facas ou qualquer objeto pontudo ou cortante.
- A limpeza externa deve ser feita com uma solução de água e sabão neutro e depois secar cuidadosamente.
- A cada 6 meses fazer a limpeza do condensador na parte traseira do aparelho com um aspirador de pó ou espanador. Tal procedimento deve ser realizado com o aparelho desligado.
- Para uma limpeza mais profunda deve-se fazer o degelo total desligando o aparelho da tomada.

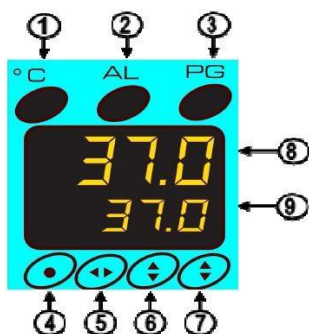
#### DEGELO:

- Para degelar aperte o botão de “Degelo” na parte frontal do aparelho sem precisar desligar o aparelho. Uma vez acionado NÃO tem como desfazer.
- Faça no período que menos se utiliza o aparelho (à noite).
- O término do degelo se dará de forma automática sem a necessidade de verificar constantemente.
- O degelo deve ser feito sempre que se formar uma camada de gelo que cubra a faixa vermelha do “pino indicador de degelo” na parte superior do congelador.
- Para saber se o botão foi acionado verificar se a faixa vermelha no corpo do botão está aparente (não foi acionado) ou não (foi acionado).
- Fechar a porta do aparelho.
- Retirar a água acumulada na gaveta.

#### 5.4.10 Banho Maria

- Ligue o aparelho na chave (Liga/Desliga), localizada na parte detrás do aparelho;
- Programe no controlador a temperatura desejada, conforme o item 6.3;
- A lâmpada piloto do controlador (°C) ficará acesa, indicando o aquecimento;
- Aguarde estabilizar a temperatura programada;
- Coloque as canecas ou frascos presos nas bocas.  Verifique a existência de ruídos ou vibrações diariamente; Limpeza e conservação:

- Para limpeza do corpo utilize um pano com lustra móveis ou massa de polir, caso esteja muito impregnado;
- Para limpeza interna álcool 70%;
- Caso haja alguma oxidação no tanque, utilize polidor de metais;
- Caso haja depósitos/sujeiras no tanque ou na resistência, limpe somente com esponja de aço e água;
- Caso haja precipitado de carbonato de cálcio, utilize vinagre ou ácido acético 10% para a remoção;
- Não instale o Banho-Maria dentro de capela, pois haverá corrosão nos componentes do banho.



1. Indicação de aquecimento;
2. Alarme de temperatura alta ou baixa (não habilitado);
3. Indicador de acionamento do auto-tune;
4. Tecla para avançar os parâmetros do controlador (•);
5. Tecla para retroceder parâmetros e avançar ciclos (◀▶);
6. Tecla para decremento de valores (◄);
7. Tecla para incremento de valores (►);
8. Indicador Superior: Exibição do valor de temperatura real; Exibição do nome de cada parâmetro do controlador;
9. Indicador Inferior: Exibição de temperatura programada; Exibição do conteúdo/valores de cada parâmetro.

**Para selecionar a temperatura, siga os passos seguintes:**

- Pressione a tecla (•), entrará **SP** (programar temperatura);
- Pressione a tecla decremento (◄) ou incremento (►), insira o valor desejado;

- Pressione a tecla (•), entrará **Time** (programar tempo) – não aplicável para este modelo;
- Pressione a tecla (•), entrará **rATE** (rampa rápida) – não aplicável para este modelo;
- Pressione a tecla (•), entrará **Run** (aquecimento);
- Pressione a tecla decremento (◊) ou incremento (◊), insira a opção desejada (**Yes / No**).  
Lembre-se que é através deste parâmetro que o aparelho iniciará o aquecimento, e pode-se perceber que está acionado se o led vermelho do controlador que indica aquecimento (1) estiver aceso;
- Caso queira voltar aos parâmetros anteriores, pressione a tecla (◀▶);
- Quando o led vermelho (1) do controlador se apagar indica que a temperatura foi atingida, e após isto, iniciam-se os ciclos de liga e desliga, apagando e acendendo este led (1) para a manutenção da temperatura.

#### **Para realizar o Auto Tune:**

O parâmetro auto-tune serve para fazer a sintonia dos parâmetros de controle, e pode ser feito todas as vezes que se achar necessário, caso o aparelho não tenha um bom desempenho de controle.

Depois de programada a temperatura, quando a mesma não estabilizar, é necessário que seja feita a correção dos valores, também através do auto-tune.

Para acionar e ativar o auto-tune, siga os passos a seguir:

- Primeiramente ajuste a temperatura para o valor em que irá trabalhar, e aguarde até que o led (°C) comece a piscar;
- Mantenha o aparelho vazio;
- Pressione a tecla (◀▶), segure-a e pressione a tecla (•) uma vez;
- Aparecendo o parâmetro **Atun**, você pode soltar as duas teclas;
- Para acessá-lo, pressione a tecla decremento (◊) ou incremento (◊), e entrarão as seguintes opções:
  - **Off** (Desligado)
  - **Fast** (Sintonia Automática Rápida)
  - **Full** (Sintonia Automática Precisa)
  - **Self** (Sintonia Precisa + Auto-adaptativa)



- **rSIf** (força uma nova sintonia automática precisa + autoadaptativa)
- **t9ht** (força uma nova sintonia automática precisa + auto-adaptativa quando Run=Yes ou controlador é ligado).
  - Pressione a tecla decremento (◀) ou incremento (▶) e escolha a opção **Fast** (para sintonia rápida);
  - Para acionar o auto-tune, basta pressionar a tecla (•) ou (◀▶), que ficará habilitado;
  - Enquanto o auto-tune é realizado o aparelho não pode ser aberto e a programação de temperatura não deve ser mudada;
  - Quando o auto-tune estiver acionado, o led (3) do controlador ficará aceso. Quando se apagar, já pode-se utilizar o aparelho normalmente, pois o ciclo do auto-tune já se completou;
  - Caso queira interromper o processo do auto-tune, basta entrar no parâmetro **Atun** novamente e escolher a opção **Off** (proceda conforme a explicação dos tópicos anteriores deste item 6.4);
  - Caso pressione a tecla (•) novamente, aparecerão os seguintes parâmetros:
- **Pb; Ir; dT; Ct; Act; Sfst; SP.A1.**
  - Não é necessário mudar estes valores, pois já saem de fábrica configurados;
  - Para sair do parâmetro e voltar à tela inicial, pressione a tecla (◀▶) por três segundos.

## 5.5 Técnicas realizadas no laboratório

### 5.5.1 Amostragem

Para que haja um adequado e eficiente programa de monitoramento da qualidade da água, um dos passos mais importantes é a coleta de amostras de água. A confiabilidade dos resultados e a interpretação adequada dos resultados analíticos dependem da correta execução dos procedimentos. O simples fato de abrir uma amostra do seu local de origem e colocá-la em contato com as paredes de recipientes e, portanto, sujeitando-a a um novo ambiente físico, pode ser suficiente para romper esse equilíbrio natural e conferir mudanças na sua composição.

As mudanças nas condições físico-químicas da amostra podem resultar em grandes alterações na sua composição inicial através da precipitação de metais dissolvidos ou formação de complexos com outros constituintes, mudança no estado de oxidação de cátions e ânions,

dissolução ou volatilização com o tempo, possibilidade de adsorção de íons pelas paredes dos frascos ou perda através de mecanismos de troca iônica. Por isso, é de fundamental importância que seja realizada a refrigeração das amostras.

Os tipos de frascos mais utilizados no armazenamento de amostras são os de plástico e vidro. O tipo de frasco a ser utilizado depende da natureza da amostra a ser coletada e dos parâmetros a serem investigados. Não existe uma solução universal, havendo a necessidade de escolher o material de acordo com sua estabilidade, facilidade de transporte, custo, resistência à esterilização, etc. A escolha dos frascos geralmente é feita de acordo com o conjunto de determinações a serem realizadas na amostra coletada, por exemplo, frascos para coleta de amostras destinadas à análise biológica, microbiológica, físico-química, biocidas, etc. Desta forma, existem normas que discriminam o tipo de frasco a ser utilizado de acordo com o parâmetro a ser analisado.

A limpeza de frascos e tampas é de suma importância para impedir a introdução de contaminantes nas amostras.

A técnica a ser adotada para a coleta das amostras depende do tipo de água a ser coletada (água tratada, água bruta, água residuária etc.) e dos parâmetros analisados (análises físico-químicas e bacteriológicas).

Deve-se, primeiramente, efetuar a coleta de amostras para análise bacteriológica a fim de evitar o risco de contaminação do local de amostragem com frascos ou amostradores não estéreis. Recomenda-se que o responsável pela coleta mantenha as mãos limpas ou use luvas plásticas cirúrgicas, e não fume durante a coleta das amostras. Não se deve encher o frasco até o limite.

Proceder a identificação da amostra. Exemplo: água do bebedouro da cozinha, água do bebedouro dos clientes...

As amostras não devem incluir partículas grandes, detritos, folhas, ou outro tipo de material acidental.

Deve-se coletar volume suficiente de amostra para eventual necessidade de se repetir alguma análise no laboratório.

Não tocar na boca do frasco e não deixar que a tampa toque em qualquer superfície ou que fiquem expostos ao pó, fumaça (cinzas e fumaça de cigarro podem contaminar fortemente

as amostras com metais pesados e fosfatos, entre outras substâncias) e outras impurezas, tais como gasolina, óleo e fumaça de exaustão de veículos.

As amostras exigem refrigeração para sua conservação e devem ser acondicionadas em caixas de isopor ou de plástico térmica com gelo, porém sem contato direto com o mesmo.

Amostra para análise de oxigênio dissolvido, dependendo do tempo gasto no transporte, não necessitam ser refrigeradas.

Imediatamente após a coleta e acondicionamento das amostras, deve-se mantê-las ao abrigo da luz solar.

### **Poços com bombas**

- Bombear a água durante cerca de 5 minutos;
- Remover a tampa do frasco junto com o papel protetor e rapidamente coletar a amostra. **Água tratada**
- Abrir a torneira e deixar a água correr durante 2 a 3 minutos;
- Remover a tampa do frasco junto com o papel protetor e rapidamente coletar a amostra.

### **Água de rios e córregos**

- Coletar amostra no local em que a água estiver correndo, nunca coletar em ponto que a água esteja estagnada;
- Remover a tampa do frasco junto com o papel protetor e rapidamente mergulhar o frasco de 15 a 30 cm abaixo da superfície da água. A boca do frasco deverá ficar aberta em sentido contrário à corrente.

Registrar todas as informações de campo no formulário de coleta como:

- Identificação do ponto de amostragem e sua localização;
- Data e hora de coleta;
- Tipo de amostragem (efluente industrial, água de rio, potável, poço, etc.);
- Condições meteorológicas nas últimas 24 horas, como chuvas;
- Nome do responsável pela coleta, endereço e telefone.

### 5.5.2 Acondicionamento Das Amostras

Se a análise da água não for realizada imediatamente após a coleta, deve-se seguir o procedimento correto de armazenamento da amostra como apresentado no quadro 1, para que as propriedades químicas e físicas da água não sejam alteradas.

A seguir encontra-se um quadro com os procedimentos que devem ser tomados para essa prática.

Condições de amostragem, preservação e armazenagem de amostras – águas e efluentes:

**Prazo para realizar as análises: 15 minutos após a coleta**

Parâmetro	Recipiente	Quantidade	Conservante	Obs.
Cloro Residual Livre	Plástico ou Vidro	30 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Dióxido de Carbono ( $\text{CO}_2$ )	Plástico ou Vidro	100 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	pH + Alcalinidade
Iodo	Plástico ou Vidro	500 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Oxigênio Dissolvido	Plástico ou Vidro	500 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—

21

pH	Plástico ou Vidro	100 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Salinidade	Plástico ou Vidro	100 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Temperatura	NSA	NSA	NSA	<i>In Loco</i>

**Prazo para realizar as análises: 24 horas após a coleta**

Parâmetro	Recipiente	Quantidade	Conservante	Obs.
Características Organolépticas	Plástico	100 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Substâncias Oxidáveis	Vidro	250 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Turbidez	Plástico ou Vidro	30 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—

**Prazo para realizar as análises: 48 horas após a coleta**

Parâmetro	Recipiente	Quantidade	Conservante	Obs.
Cor Aparente / Verdadeira	Plástico ou Vidro	30 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	Cor Verdadeira Necessita de Filtração antes da Análise
DBO	Plástico ou Vidro	1000 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	Necessita de DQO
Nitrato / Nitrogênio de Nitrato	Plástico ou Vidro	20 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Nitrito / Nitrogênio de Nitrito	Plástico ou Vidro	25 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—

**Prazo para realizar as análises: 07 dias após a coleta**

Parâmetro	Recipiente	Quantidade	Conservante	Obs.
Matéria Orgânica	Vidro	300 mL	$\text{H}_2\text{SO}_4$ pH<2 Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Nitrogênio Total	Vidro	15 mL	$\text{H}_2\text{SO}_4$ pH<2 Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	Eliminar cloro se presente com Tiosulfato de Sódio
Sólidos Dissolvidos Fixos -	Plástico	400 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	Necessita de SDT e SDV

22

SDF				
Sólidos Dissolvidos Totais - SDT	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Sólidos Dissolvidos Voláteis - SDV	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	Necessita de SDT
Sólidos Sedimentáveis	Plástico	1000 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—
Sólidos Suspensos Fixos - SSF	Plástico	400 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	Necessita de SST e SSV
Sólidos Suspensos Totais - SST	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6^{\circ}\text{C}$	—

Sólidos Suspensos Voláteis - <b>SSV</b>	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de SST
Sólidos Totais Fixos - <b>STF</b>	Plástico	400 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de ST e STV
Sólidos Totais - <b>ST</b>	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Sólidos Totais Voláteis - <b>STV</b>	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de ST

**Prazo para realizar as análises: 14 dias após a coleta**

<b>Parâmetro</b>	<b>Recipiente</b>	<b>Quantidade</b>	<b>Conservante</b>	<b>Obs.</b>
Acidez em Água	Plástico ou Vidro	100 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Alcalinidade Bicarbonatos	Plástico ou Vidro	400 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de Alcalinidade Parcial e Total
Alcalinidade Carbonatos e Hidróxidos (Parcial)	Plástico ou Vidro	200 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Alcalinidade Total	Plástico ou Vidro	200 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—

**Prazo para realizar as análises: 28 dias após a coleta**

<b>Parâmetro</b>	<b>Recipiente</b>	<b>Quantidade</b>	<b>Conservante</b>	<b>Obs.</b>
Amônia / Nitrogênio de Amônia	Vidro	20 mL	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Cloretos em Água	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Condutividade	Plástico	100 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
DQO	Vidro	20 mL	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Fluoreto	Plástico	100 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de Cloro
Fósforo (Fosfato) Reativo Total / Dissolvido	Vidro	50 mL	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Óleos e Graxas	Vidro boca larga	300 mL	HCl ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Sílica	Plástico	200 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—

Sulfato	Plástico	40 mL	Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Para amostras Turvas ou Coloridas Filtrar antes da Análise
---------	----------	-------	---	--

**Prazo para realizar as análises: 6 meses após a coleta**

Parâmetro	Recipiente	Quantidade	Conservante	Obs.
Dureza Cálcica	Vidro	300 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Dureza Magnésio	Vidro	500 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de Dureza Cálcica e Total
Dureza Permanente	Vidro	300 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Dureza Temporária	Vidro	500 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de Dureza Permanente e Total
Dureza Total	Vidro	200 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Ferro Ferroso (Fe <sup>2+</sup> ) / Dissolvido	Vidro	100 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—
Metais Dissolvidos	Vidro	250 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	Necessita de Filtração antes da Análise
Metais Totais	Vidro	250 mL	HNO <sub>3</sub> pH<2 Refrigeração $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$	—

## ALCALINIDADE TOTAL

### MÉTODO TITULOMÉTRICO

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS:

- Erlenmeyer de 250 mL
- Bureta de 50 mL
- Proveta de 50 mL

#### ► PREPARO DE SOLUÇÕES

##### Solução de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) - 1N

- Diluir 28,0 mL de ácido sulfúrico P.A. em 1000 mL de água deionizada.

##### Solução de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) - 0,02N

- Diluir 20 mL da solução anterior em 1000 mL de água recentemente deionizada.

##### Padronização da solução de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) - 0,02N

- Em um erlenmeyer de 250 mL, transferir cerca de 0,1 g de Tetraborato de sódio ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) previamente seco em dessecador, durante 18 horas.
- Adicionar 50 mL de água deionizada e agitar até a dissolução.
- Titular com solução de Ácido Sulfúrico 0,02N, usando como indicador 3 gotas de vermelho de metila 0,2%

##### Cálculo:

$$N = \frac{m}{\text{_____}} \cdot 1000$$



Onde:

m = Massa do Tetraborato

V = Ácido Sulfúrico

### **Solução expressa em Carbonato de Cálcio (CaCO<sub>3</sub>)-500 mg/L – Solução Estoque**

- Pesar 0,53 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, previamente seco em estufa à 105° C, por 2 horas e diluir para 1000 mL.

### **Solução expressa em Carbonato de Cálcio (CaCO<sub>3</sub>)-50 mg/L – Solução Padrão**

- Medir uma alíquota de 50 mL da solução estoque e diluir para 500 mL da água deionizada.

### **Indicador de vermelho de metila 0,2%**

- Pesar 0,2 g de Vermelho de Metila e completar o volume até 100 mL com álcool etílico.

### **Indicador verde de Bromocresol 0,2%**

- Pesar 0,2 g de Verde de Bromocresol e completar o volume até 100 mL com álcool etílico.

### **Indicador misto**

- Misturar 30 mL da solução alcoólica de verde de bromocresol à 0,2% e 20 mL da solução alcoólica de vermelho de metila à 0,2%

## **► PROCEDIMENTO ANALÍTICO:**

- Com o auxílio de uma proveta, transferir 50 mL de amostra para um erlenmeyer de 250 mL.
- Adicionar 5 gotas de indicador misto.

- Homogeneizar a amostra e titular com  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02N padronizado, até que se verifique uma coloração vermelho-tijolo.
- Anotar o volume da solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02N gasto.

Obs.: O volume de ácido 0,02N gasto na titulação do padrão deve ser de 2,5 mL para se ter um padrão de 50 mg/l.

Onde:

V(mL) = Volume do ácido

N = Normalidade do ácido

**Cálculo:**

$$\text{mg/l CaCO}_3 = \frac{V \cdot N}{50.000}$$

## NITROGÊNIO AMONIACAL

### MÉTODO DA NESSLERIZAÇÃO DIRETA

Faixa de Leitura: 0 a 2500 mg/L

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/5000 UV-VIS
- Provetas de 25 mL
- Pipetas de 1 mL
- Cubetas de 25 mL

#### ► REAGENTES

- Estabilizador Mineral
- Agente Álcool Polyvinyl

- Reagente de Nessler

## ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- No espectrofotômetro selecione o programa armazenado para Nitrogênio Amoniacal, nº **2400**, pressionando as teclas numéricas.
- Encha uma proveta graduada de 25 mL até a marca com a amostra.
- Encha uma outra proveta graduada de 25 mL com água deionizada. (branco)
- Adicione três gotas do Estabilizador Mineral a cada proveta. Inverta diversas vezes para misturar.
- Adicione três gotas do agente Álcool Polyvinyl a cada proveta. Inverta diversas vezes para misturar.
- Adicione 1 mL do reagente Nessler com a pipeta em cada proveta. Inverta várias vezes para misturar.
- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**, para começar a contagem do período programado de 1 minuto de reação.
- Coloque cada solução em uma cubeta.
- Quando o temporizador bipar coloque a amostra em branco no suporte da cubeta e feche o protetor.
- Pressione **ZERO**, para zerar a amostra em branco.
- Coloque a amostra preparada no suporte da cubeta e feche o protetor.
- Pressione **LER**, para ler o resultado em mg/L de Amônia, que será expresso como Nitrogênio (NH<sub>3</sub>-N).

## ÓLEOS E GRAXAS

### ▶ EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Equipamento extrator de Soxhlet
- Bomba de vácuo
- Funil de Buchner de 12,5 cm de diâmetro
- Equipamento de aquecimento (manta de aquecimento)

### ▶ PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Coletar 1000 mL da amostra de esgoto em um frasco de vidro de boca larga. Acidificá-la para baixar o pH a 1,0 utilizando cerca de 5 mL de Ácido Sulfúrico concentrado. Se a acidificação for feita no ato da coleta, não precisa mais adicionar o ácido no laboratório.
- Em um funil de Buchner, colocar pela ordem: o disco de Musseline e o papel de filtro n° 40 ou similar. Umidecer o papel de filtro e o disco de Musseline com água deionizada para adaptá-lo bem ao funil.
- Adaptar o vácuo ao funil, ligar e fazer passar cerca de 100 mL da suspensão de Terra Diatomácea (auxiliar na filtração) através do funil, de modo a formar uma camada uniforme.
- Com o sistema de vácuo ligado, lavar a camada filtrante com bastante água deionizada, até que não haja mais passagem de água pelo sistema de filtração.
- Com o vácuo ligado, filtrar toda a amostra previamente acidificada até que não passe mais água pelo filtro. Desligar o sistema de vácuo.
- Com uma pinça, remover o papel de filtro e transferir para um vidro de relógio, remover todos os resíduos que porventura ficarem nas bordas do filtro.
- Enrolar todos esses papéis de filtro e colocá-los no cartucho de extração, sem deixar nada no vidro de relógio.

- Colocar o cartucho com todos esses papéis de filtro em estufa e secar a uma temperatura de 105°C por 2 horas ou até peso constante. Tirar o balão da estufa, esfriar em dessecador, pesar e anotar o peso.
- Colocar o cartucho com o papel de filtro no extrator de Soxhlet e efetuar a extração durante 4 horas, colocando cerca de 200 mL de solvente no balão previamente tarado.
- Após a extração, destilar o solvente em banho-maria ou manta aquecedora, até que permaneça um volume de aproximadamente 10 mL de solvente.
- Desconectar o balão e evaporar em banho-maria o solvente remanescente.
- Secar o balão em estufa a 105°C, transferir para um dessecador por 1 hora e pesar até que se obtenha um peso constante.

**Cálculos:**

$$\text{Óleos e Graxas em mg/L} = \frac{(P_2 - P_1)}{V}$$

Onde:  $P_1$  = Peso do balão, em gramas

$P_2$  = Peso do balão ao final da análise, em gramas

$V$  = Volume da amostra em mL.

## **ORTOFOSFATO**

### **MÉTODO DO CLORETO ESTANOSO**

Faixa de Leitura: 0,05 a 1,2 mg/L

#### **► EQUIPAMENTO E MATERIAL**

- Espectrofotômetro ajustado para leitura em 690nm.
- Tubos de Nessler de 50 mL
- Dispensetes graduados em 15 e 5 mL
- Bureta de 50 mL
- Chapa de Aquecimento
- Pipeta volumétrica de 0,5 e 10 mL

#### **► PADRONIZAÇÃO DE SOLUÇÕES**

##### **Solução Estoque de Fósforo – 500 mg/l**

**- Pesar 2,193 g de Fosfato de Potássio Monobásico P.A. Anidro (Diácido) -  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  seco a 110°C por 2 horas**

- Transferir para um bequer de 500 mL, adicionar 200 mL de água deionizada, agitar com um bastão de vidro até completa dissolução.
- Transferir quantitativamente esta solução para balão de 1000 mL e completar o volume com água deionizada.

##### **Solução Intermediária de Fósforo – 5 mg/l**

- Pipetar 5 mL da Solução Estoque (500 mg/l – P)
- Transferir para balão volumétrico de 500 mL e diluir até a marca com água deionizada.

##### **Solução de Molibdato de Amônia 2,5%**

- Dissolver 50 g de Molibdato de Amônio em 350 mL de água deionizada. durante 2 horas.
- Diluir, cuidadosamente, 560 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado P.A em 800 mL de água deionizada. Esfriar até temperatura ambiente.
- Adicionar a solução de Ácido Sulfúrico na Solução de Molibdato de Amônia e completar o volume para 2000 mL.

### **Solução de Cloreto Estanoso (SnCl<sub>2</sub>) 2,5%**

- Dissolver 2,5 g de Cloreto estanho II dihidratado SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O P.A, em 100 mL de Glicerina P.A, aquecer em banho-maria agitando com um bastão de vidro até completa dissolução do sal.

### **Curva de Calibração**

- Transferir com pipeta volumétrica as alíquotas da tabela abaixo para um tubo de nessler de 50 mL da Solução de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> de concentração 5 mg/l.
- Adicionar 4mL da solução de Molibdato de Amônia - 2,5%
- Adicionar 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5%
- Homogeneizar a Solução do tubo de Nessler por sucessivas inversões.
- Esperar 15 minutos e proceder a leitura em 690 nm.
- Efetuar uma prova em branco.

<b>Concentração (mg/l)</b>	<b>Alíquota da Solução Intermediária (mL)</b>	<b>Volume Final (mL)</b>
0,00	0,0	50
0,05	0,5	50
0,10	1,0	50
0,20	2,0	50
0,30	3,0	50
0,40	4,0	50

0,50	5,0	50
0,70	7,0	50
1,00	10,0	50

Tabela 1: Alíquota para preparação de Curva de Calibração do Método de Ortofosfato.

## ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Com o auxílio das pipetas volumétricas, transferir um volume de 50 mL, ou outro volume diluído a 50 mL da amostra, para os tubos de Nessler de 50 mL.
- Elevar o volume de todas as amostras a 50 mL com água deionizada.
- Adicionar a cada amostra 4,0 mL de Molibdato de Amônia – 2,5%, 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5% e aguardar 15 minutos para o desenvolvimento da cor.
- Ler a absorvância e calcular a concentração de ortofosfato na amostra conforme dados da Curva de Calibração.

Cálculo:

$$\text{Concentração (mg/l)} = \frac{\text{abs} - b}{a}$$

Onde: a = coeficiente angular  
da reta

b = coeficiente linear da reta



## OXIGÊNIO CONSUMIDO - DQO

### MÉTODO PERMANGANATO DE POTÁSSIO ( $\text{KMnO}_4$ )

Faixa de Leitura: 0 a 20 mg/L

#### ► EQUIPAMENTO E MATERIAL

- Bureta de 25 mL
- Erlenmeyer de 250 mL
- Pérolas de Vidro
- Chapa de Aquecimento
- Pipeta volumétrica de 50 mL
- Pipetas volumétricas de 10 mL

#### ► PREPARO DAS SOLUÇÕES

##### **Solução de Permanganato de Potássio ( $\text{KMnO}_4$ ) – 0,125 N**

- Dissolver 3,9510 g de  $\text{KMnO}_4$  P.A. seco a 105°C por 2 horas, em água deionizada previamente fervida e fria (temperatura ambiente).
- Completar o volume para 1000 mL em balão volumétrico.
- Após 24 horas, filtrar a solução em algodão de vidro e padronizar com uma Solução de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0,125 N.
- Guardar esta solução em frasco âmbar ao abrigo da luz.

##### **Solução de Permanganato de Potássio ( $\text{KMnO}_4$ ) – 0,0125 N**

- Transferir 100 mL da Solução de  $\text{KMnO}_4$  0,125 N para balão volumétrico de 1000 mL, completando o volume com água deionizada.
- Guardar esta solução em frasco âmbar ao abrigo da luz.

### **Solução de Oxalato de Sódio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) – 0,0125 N**

- Pesar exatamente 1,6 g de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , previamente seco em estufa a 105 - 110°C durante 2 horas.
- Dissolver em água quente, esfriar e diluir para 2000 mL em balão volumétrico.
- Guardar esta Solução em frasco de Polietileno.

### **Solução de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) – 25%**

- Medir, com o auxílio de uma proveta, 250 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
- Dissolver o ácido em 1000 mL de água deionizada.

### **Padronização da Solução de Permanganato de Potássio – 0,0125 N**

- Pipetar 50 mL de água deionizada e transferir para um erlenmeyer de 250 mL.
- Adicionar 10 mL de Ácido Sulfúrico 25%, 10 mL de Oxalato de Sódio 0,0125 N e algumas pérolas de vidro.
- Aquecer a mistura na Chapa de Aquecimento por 15 minutos, sem deixar que a mesma entre em ebulição, e titular com a Solução de Permanganato de Potássio 0,0125 N.
- O ponto final é detectado com o aparecimento de uma coloração rósea pálida que permaneça no mínimo 30 segundos.

## **► PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Transferir com o auxílio de uma pipeta volumétrica, 50 mL da amostra para um erlenmeyer de 250 mL.
- Adicionar ao erlenmeyer 10 mL de  $\text{KMnO}_4$  0,0125 N, 10 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  25% e algumas pérolas de vidro.
- Colocar o erlenmeyer na chapa previamente aquecida e deixar o sistema em ebulição por 15 minutos.
- Transcorrido o tempo previsto, adicionar 10 mL de Oxalato de Sódio 0,0125 N e titular a amostra ainda quente com  $\text{KMnO}_4$  até a coloração rósea pálida, permanece por 30 segundos.
- Anotar o volume gasto de  $\text{KMnO}_4$  ( $V_1$ ).

OBS.: Fazer uma prova em branco repetindo a metodologia anterior, substituindo o volume de amostra por água deionizada ( $V_B$ ).

**Cálculos:**

$$\text{Oxigênio Consumido (mg/l de O}_2\text{)} = \frac{N \times V \times 8000}{\text{---}}$$

Onde: N = Normalidade do  $\text{KMnO}_4 = 0,0125 \text{ N}$

$V_1$  = Volume gasto de  $\text{KMnO}_4$  na titulação da amostra.

$V_B$  = Volume gasto de  $\text{KMnO}_4$  na titulação do branco.

$V_{am}$  = Volume da amostra 50 mL

## **FÓSFORO TOTAL**

### **MÉTODO DO CLORETO ESTANOSO**

Faixa de Leitura: 0,01 a 1,2 mg/L

#### **► EQUIPAMENTO E MATERIAL:**

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Tubos de Nessler de 100 mL
- Dispensetes graduados em 15 e 5 mL
- Bureta de 50 mL
- Autoclave
- Pipeta volumétrica de 0,5 e 10 mL
- Recipientes para digestão com tampa

#### **► PREPARO DE SOLUÇÕES**

##### **Solução de Ácido Sulfúrico 25%**

- Diluir inicialmente 250 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado P.A. em 600 mL de água deionizada.
- Esfriar a temperatura ambiente e completar o volume para 1000 mL.

##### **Solução de Persulfato de Potássio 5% (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)**

- Dissolver 50 g de Persulfato de Potássio de água deionizada e diluir para 1000 mL

##### **Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 12 N**

- Dissolver 480 g de NaOH em água deionizada e completar o volume para 1000 mL.

### **Solução de Molibdato de Amônia 2,5%**

- Dissolver 12,5 g de Molibdato de Amônia em 95 mL de água deionizada.
- Diluir, separadamente, 140 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado P.A em 200 mL de água deionizada. Esfriar até temperatura ambiente.
- Adicionar a solução de Ácido Sulfúrico na Solução de Molibdato de Amônia e completar o volume para 500 mL.

### **Solução de Cloreto Estanoso (SnCl<sub>2</sub>) 2,5%**

- Dissolver 2,5 g de SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O P.A, em 100 mL de Glicerina P.A, aquecer em banho-maria agitando com um bastão de vidro até completa dissolução do sal.

### **Solução de Fenolftaleína 0,5 %**

- Dissolver 5 g de Fenolftaleína em 1000 mL de álcool etílico.

### **Solução Estoque de Fósforo – 500 mg/l - P**

- Pesar exatamente 2,195 g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> P.A seco a 110°C por 2 horas
- Transferir para um béquer de 500 mL.
- Adicionar cerca de 200 mL de água deionizada, agitar com um bastão de vidro até completa dissolução.
- Transferir esta solução para balão de 1000 mL e completar o volume com água deionizada.

### **Solução Intermediária I : 10 mg/l**

- Pipetar 10 mL da Solução Estoque (500 mg/l – P)
- Transferir para balão volumétrico de 500 mL e diluir até a marca com água deionizada.

## **► CURVA DE CALIBRAÇÃO**

- Transferir com pipeta volumétrica as alíquotas da tabela a seguir, da Solução de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> de concentração 10 mg/l. para um frasco autoclavável.

- Adicionar 15 mL de Persulfato de Potássio 5% ou 0,6 g de Persulfato de Potássio P.A., 1,5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 25% e 50 mL de água deionizada.
- Autoclavar por 2 horas.
- Esfriar e colocar 3 a 4 gotas de Fenolftaleína e cerca de 2,5 mL de NaOH 12 N suficiente para neutralização e completar o volume para 100 mL em tubos de Nessler.
- Transferir 50 mL da Solução digerida para um tubo de Nessler.
- Adicionar 4mL da solução de Molibdato de Amônia - 2,5% e 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5%
- Homogeneizar a Solução do tubo de Nessler por sucessivas inversões.
- Esperar 15 minutos e proceder a leitura em 690 nm.
- Efetuar uma prova em branco.

<b>CONCENTRAÇÃO (MG/L)</b>	<b>ALÍQUOTA DA SOLUÇÃO INTERMEDIÁRI A (ML)</b>	<b>VOLUME FINAL (ML)</b>
0,00	0,0	100
0,05	0,5	100
0,10	1,0	100
0,20	2,0	100
0,30	3,0	100
0,40	4,0	100
0,50	5,0	100
0,70	7,0	100
1,00	10,0	100

Tabela 1: Alíquota para preparação de Curva de Calibração do Método do Fósforo.

**► PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Com o auxílio das pipetas volumétricas, transferir os volumes sugeridos na tabela abaixo, de amostras e reagentes para recipientes de digestão.

<b>AMOSTRA</b>	<b>VOLUME DE AMOSTRA (mL)</b>
Afluentes	10
Efluente Primário	10
Efluente	50 ou 100
Amostras de Rios	100
Sobrenadante	10
Padrão	4
Polimento	100

OBS.: Adicionar 15 mL da Solução de Persulfato de Potássio 5% e 1,5 mL de Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) 25%. Para amostras a serem analisadas sem diluição, isto é, 100 mL, adicionar 0,6 g de  $K_2S_2O_8$  e  $H_2SO_4$ .

- Também deve ser feito um branco usando água deionizada.
- Tampar os frascos firmemente e autoclavar por 2 horas a 120°C.
- Desligar a autoclave, deixar cair a temperatura e pressão e retirar cuidadosamente os frascos a fim de resfriá-los.
- Após as amostras atingirem temperatura ambiente, adicionar 3 a 4 gotas de Fenolftaleína e 2,5 mL da Solução de NaOH 12 N até a neutralização da amostra.
- Transferir a Solução para um tubo de Nessler de 100 mL e completar o volume com água deionizada.

- Voltar a Solução para o recipiente anterior e transferir uma alíquota de 50 mL, ou uma alíquota diluída para tubos de Nessler de 100 mL.
- Adicionar 4mL da solução de Molibdato de Amônia - 2,5%, 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5% e homogeneizar a Solução do tubo de Nessler por sucessivas inversões.
- Esperar 15 minutos e proceder a leitura em 690 nm.
- Calcular a concentração de Fósforo na amostra conforme curva de calibração.

### Cálculos

$$\text{Concentração (P - PO}_4\text{ - mg/l)} = \frac{\text{abs}}{\text{- b}}$$

Onde: a = coeficiente angular da reta

b = coeficiente linear da reta

abs = absorvância da amostra



## CLORETO

### MÉTODO DA TITULAÇÃO COM NITRATO DE PRATA

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Bureta de 50 mL;
- Becker de 250 mL; 1000 mL
- Frasco Erlenmeyer de 250 mL;
- pHmetro;
- Proveta de 100 mL
- Pipetas de 10 mL, 1 mL, 25 mL e 5 mL
- Balão Volumétrico de 1000 mL
- Balança Analítica
- Conjunto para filtração
- Papel filtro

#### ► PREPARO DAS SOLUÇÕES

##### **Branco**

- Tomar 10 mL de água deionizada, adicione 0,0082g de  $\text{CaCO}_3$  (Carbonato de Cálcio) e 1 mL do indicador Cromato de Potássio.
- Corrija o pH em torno de 8 e titule com a solução de  $\text{AgNO}_3$  0,013N.
- Repetir o procedimento 3 vezes.

Obs.: Deve-se gastar 0,3 mL aproximadamente.

### **Solução Padrão**

- Pesar 0,8241g de Cloreto de Sódio seco a 140°C e diluir para 1000 mL de água deionizada. (Solução: 0,014N)
- Desta solução medir 10 mL, adicione 1 mL de Cromato de Potássio, corrija o pH e titule com  $\text{AgNO}_3$  0,013N
- Faça em triplicata, decontando o volume gasto na titulação do branco.  
Obs.: Deve-se gastar em torno de 10 mL de  $\text{AgNO}_3$  na titulação.

### **Solução Padrão de Nitrato de Prata 0,0141 N**

- Pesar 0,424 g de  $\text{AgNO}_3$  e dissolver em um pouco de água deionizada. Completar para 250 mL em balão volumétrico.
- Guardar em frasco escuro.

### **Solução Indicadora de Cromato de Potássio ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ )**

- Pesar 9,5 g de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  e dissolver em um pouco de água deionizada;
- Completar o volume para 500 mL com água deionizada.

## **► PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Colocar 50 mL de amostra no erlenmeyer;
- Adicionar 5 gotas solução indicadora de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ;
- Titular com a solução de Nitrato de Prata 0,01 mol/L até a viragem para amarelo avermelhado que é o ponto final da titulação;
- Fazer um branco da mesma maneira que a amostra.

### Cálculos:

$$\text{mg/L Cl} = \frac{(A - B) \times N \times 35.450}{\text{mL da amostra}}$$

Onde:

A = mL do titulante gasto na amostra;

B = mL do titulante gasto no branco;

N = Normalidade titulante – AgNO<sub>3</sub>;

## CLORETO

### MÉTODO DA TITULAÇÃO COM NITRATO DE MERCÚRIO

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Pipeta de 10 mL, 1 mL,
- pHmetro
- Proveta de 1000 mL,
- Erlenmeyer de 250 mL
- Balão volumétrico de 1000 mL
- Balança Analítica
- Estufa

#### ► PREPARO DE SOLUÇÕES

##### **Solução de Indicador Misto (Difenilcarbazona + Azul de Bromofenol)**

- Dissolver 5,0g de difenilcarbazona em pó P.A. e 0,50 g de azul de bromofenol P.A. em 750 mL de álcool etílico 95% e diluir para 1000 mL com álcool, em balão volumétrico.

##### **Solução de Ácido Nítrico( $\text{HNO}_3$ ) 0,2N**

- Diluir 12,7 mL de ácido nítrico 70 %  $d=1,41$  P.A. em 1000 mL de água deionizada, em balão volumétrico.
- Para ácido nítrico 65%  $D=1,41$  utilizar 13,8 mL para 1000mL.
- Para ácido nítrico 65%  $D=1,40$  utilizar 13,9 mL para 100mL.

##### **Solução de Cloreto de Sódio (NaCl) 0,0141N**

- Dissolver exatamente 0,8243 g de cloreto de sódio P.A. (seco a 140 °C durante 2 horas em estufa) em água deionizada e completar o volume para 1000 mL em balão volumétrico (1 mL = 0,5 mg de cloreto)

### **Solução Padrão de Nitrato de Mercúrio [Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] 0,0141N**

- Dissolver 2,3 g Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ou 2,5 g Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O em 100 mL de água deionizada isenta de cloretos e adicionar 0,25 mL de ácido nítrico P.A., completar para 1000 mL de água deionizada isenta de cloretos em balão volumétrico e acondicionar em frasco escuro.

### **Padronização da Solução de Nitrato de Mercúrio**

- Medir uma alíquota de 20 mL da solução de cloreto de sódio 0,0141N e transferir para um erlenmeyer de 250 mL
- Adicionar 10 gotas de indicador misto (difenilcarbazona + azul de bromofenol) e juntar gota a gota uma solução de ácido nítrico 0,2 N até coloração amarelada, então colocar mais 5 gotas em excesso
- Titular com a solução de nitrato de mercúrio até o ponto de viragem de amarelo para violeta e anotar o volume gasto.

## **► PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Medir 100 mL da amostra ou uma alíquota diluída a 100mL contendo menos de 10 mg de cloreto.
- Adicionar 10 gotas do indicador misto (difenilcarbazona + azul de bromofenol) e gota a gota a solução de ácido nítrico 0,2N até que a coloração amarela se torne distinta.
- Adicionar então mais cinco gotas, em excesso, da solução de ácido nítrico 0,2 N.
- Titular a amostra com a solução padrão de nitrato de mercúrio 0,0141N até o aparecimento do primeiro matiz violeta permanente.
- Fazer uma prova em branco utilizando água deionizada e os mesmos reagentes para a amostra.

**Cálculos:**

$$\text{Cloretos em mg/l} = (A - B) \times 5 \times$$

Onde: A - volume de nitrato de mercúrio (mL) gasto na titulação da amostra

B - volume de nitrato de mercúrio (mL) gasto na titulação do branco

F - fator de correção da solução de nitrato de mercúrio

d - fator de diluição

### **Cálculo do fator de correção:**

volume de cloreto de sódio 0,0141N

F = \_\_\_\_\_

volume de nitrato de mercúrio gasto(mL)

Nota: Utilizar duas casas decimais para cálculo do fator

## **DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS TOTAIS, SUSPENSOS E DISSOLVIDOS.**

### ▶ **EQUIPAMENTOS E MATERIAIS**

- Becker de 150 mL
- Proveta de 100 mL
- Pinça
- Estufa para Esterilização e Secagem
- Balança Analítica
- Papel de filtro GFC
- Bomba de vácuo
- Dessecador
- Conjunto para filtração

### ▶ **PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

#### **SÓLIDOS TOTAIS**

##### Preparação do Becker

- Numerar o Becker.
- Fazer a secagem preliminar em estufa, à temperatura de (103 - 105)°C, durante 2 horas.
- Transferir o Becker para o dessecador para esfriar.
- Pesar e anotar este volume como P.

##### Tratamento da amostra

- Medir um volume adequado da amostra (bem homogeneizada) e colocar no Becker tarado (normalmente são necessários 100mL da amostra).

- Transferir o becker para a estufa a (103 - 105)°C durante aproximadamente 18 horas. Esfriar em dessecador.
- Pesar o becker o mais rápido possível e anotar o peso como P1.

Obs.: Os resíduos que são secos a 105°C são muito higroscópicos, isto é, absorvem água muito rapidamente.

### Cálculo:

O resultado deverá ser calculado com uma casa decimal e transportado para a planilha de resultados.

$$\text{Sólidos Totais (mg/L)} = \frac{(P1 - P) \times 1.000}{\text{volume da amostra}}$$

Onde:

P = Peso do Becker vazio.

P1 = Peso do becker com sólidos

### SÓLIDOS EM SUSPENSÃO

Preparação do papel de filtro

- Colocar os discos de papel de filtro em estufa durante 2 horas a (103 - 105)°C.
- Transferir os papéis de filtro para dessecador.
- Pesar cada disco e anotar o peso como P2.

Tratamento da amostra



- Misturar bem a amostra e medir com o auxílio de uma proveta um volume apropriado, normalmente são necessários 100 mL da amostra.

Obs.: O volume que se utiliza para a filtração depende da concentração de sólidos em suspensão.

- Filtrar a amostra, utilizando o papel de filtro previamente tarado, através de sucção. Após filtragem da amostra, lavar a proveta com 10mL de água deionizada e filtrar essa água da lavagem também.
- Transferir o papel de filtro para o vidro de relógio com o auxílio de uma pinça e secar a (103 - 105)°C em estufa durante 1 hora.
- Esfriar em dessecador e pesar. Anotar este peso como P3.

### Cálculo:

$$\text{Sólidos em suspensão (mg/L)} = \frac{(P3 - P2) \times}{1.000}$$

Nota: O resultado deverá ser calculado com uma casa decimal e transportado para

Onde:

P3 = Peso do papel de filtro com os sólidos

P2 = Peso do papel de filtro vazio

### SÓLIDOS DISSOLVIDOS

$$\text{Sólidos Dissolvidos(mg/L)} = (\text{Sólidos Totais} - \text{Sólidos})$$

## COR APARENTE

### MÉTODO PLATINA-COBALTO

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de quartzo de 25 mL
- Pissete com água deionizada

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Preencha um cubeta com 10 mL de água deionizada. (branco)
- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione o programa para Cor a 465 nm pressionando **1680**. Pressione a tecla **ENTER**.
- Preenha outra cubeta com 10 mL da amostra.
- Coloque o branco no compartimento de análise. Feche a tampa protetora.
- Pressione a tecla **ZERO**, para zerar o branco.
- Coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. O resultado será mostrado em unidades de platina-cobalto.

Obs.: Método para amostras de 0 a 500 unidades de cor, se passar desse valor o visor mostrará erro, então deve-se repetir a leitura com essa amostra diluída.

## CORO RESIDUAL LIVRE

### MÉTODO DPD

Faixa de Leitura: 0 a 2 mg/L de Cl<sub>2</sub>

### ÁGUAS TRATADAS

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de quartzo de 25 mL

#### ► REAGENTE

- *DPD Free Chlorine Powder Pillow*

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione o número armazenado do programa para o cloro livre (Cl<sub>2</sub>) pressionando **1450**. Pressione **ENTER**.
- Encha uma cubeta com 10 mL da amostra (branco). Coloque-o no suporte da cubeta e feche a tampa protetora.
- Pressione a tecla **ZERO** para zerar com o branco.
- Encha uma outra cubeta com 10 mL da amostra.
- Adicione *DPD Free Chlorine Powder Pillow* a cubeta da amostra (amostra preparada). Agite a cubeta da amostra por 20 segundos para misturar. Prossiga a etapa seguinte imediatamente.

Obs.: Uma cor cor-de-rosa se formará se o cloro estiver presente.

- Coloque a amostra preparada no suporte para cubeta. Feche a tampa protetora. Dentro de 1 minuto de reação, pressione **LER**, o resultado se dará em mg/L de cloro.

Obs.: se a concentração do cloro na amostra exceder o limite superior do teste, a cor pode desvanecer ou a exposição pode mostrar **SOBRE!**. Dilua, então, a amostra com água deionizada, e repita o teste. Alguma perda de cloro pode ocorrer devido à diluição.

Multiplique o resultado pelo fator apropriado da diluição

## CORO TOTAL

### MÉTODO DPD

Faixa de Leitura: 0 A 5 mg/L de  $Cl_2$

ÁGUA PARA BEBER, REFRIGERAR E DE PROCESSO INDUSTRIAL.

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de quartzo de 25 mL
- Pissete com água deionizada

#### ► REAGENTE

- *DPD Free Chlorine Powder Pillow*

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione o número armazenado do programa para o cloro livre ( $Cl_2$ ) pressionando **1470**. Pressione **ENTER**.
- Coloque 10 mL de amostra em duas cubetas limpas.  
*Obs.: As amostras devem ser analisadas imediatamente e não podem ser preservadas para análise posterior.*
- Adicione o reagente *DPD Free Chlorine Powder Pillow* a uma cubeta. Tampe a cubeta e inverta diversas vezes até dissolver o pó. Remova a tampa.  
*Obs.: Uma cor magenta se formará se o cloro estiver presente.*

- Dentro de um minuto da adição do reagente, adicione água deionizada a cada cubeta até a marca 25 mL. Tampe e inverta cada cubeta duas vezes para misturar.
- Coloque a amostra diluída (sem reagente) no suporte para cubeta. Feche a tampa protetora. Pressione **ZERO**, para zerar com o branco (amostra sem reagente).
- Coloque a amostra preparada no suporte para cubeta. Feche a tampa protetora. Pressione **LER**, o resultado se dará em mg/L de cloro.

## **DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGÊNIO - DBO**

### MÉTODO RESPIROMÉTRICO SIMPLIFICADO – OXITOP

#### ▶ **EQUIPAMENTOS E MATERIAIS**

- Incubadora 20°C
- Garrafa para DBO
- Barra magnética
- Bandeja de agitação magnética
- Chupeta de borracha
- Agitador magnético

#### ▶ **SOLUÇÕES (NUTRIENTES)**

- Tampão Fosfato 1,5 N
- Cloreto de Cálcio 0,25 N
- Cloreto de Amônio 0,71 N
- Cloreto Férrico 0,018 N
- Sulfato de Magnésio 0,41 N
- Solução Hidróxido de Potássio – KOH 6N
- Semente Polyseed
- Pastilhas de NaOH

#### ▶ **PREPARO DAS SOLUÇÕES**

##### **Solução Hidróxido de Potássio – KOH 6N**

- Dissolver 84 g de KOH em 175 mL de água e completar para 250 mL.

### **Tampão Fosfato 1,5 N**

- Dissolver 51,75 g de Sódio Fosfato Monobásico ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) em água deionizada. Neutralizar para pH 7,2 com KOH 6N. Completar para 250 mL.

### **Cloreto de Cálcio 0,25 N**

- Dissolver 6,925 g de Cloreto de Cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ) em água deionizada e completar para 250 mL.

### **Cloreto de Amônio 0,71 N**

- Dissolver 9,55 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  em água deionizada e completar para 250 mL.

### **Cloreto Férrico 0,018 N**

- Dissolver 1,21 g de Cloreto Férrico ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) em água deionizada e completar para 250 mL.

### **Sulfato de Magnésio 0,41 N**

- Dissolver 25,25 g de  $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  em água deionizada e completar para 250 mL.

## **► PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Pipetar 1 mL de cada nutriente (05 soluções) para dentro da garrafa com a barra magnética dentro dela. (Nutrientes = 5 mL)
- Pipetar com pipeta eletrônica 2 mL de semente (PolySeed) . (Semente = 2 mL)
- Acrescentar o volume da amostra de acordo com o valor da DBO esperado, conforme a Tabela 1.

Obs.: Lembrando de subtrair os 7 mL (nutrientes e semente).

- Coloque 3 pastilhas de NaOH na chupeta de borracha e coloque-a com cuidado na boca da garrafa.



Obs.: Se por alguma razão o Hidróxido de Sódio cair dentro do líquido, descartar a amostra e reiniciar o procedimento em uma garrafa limpa.

- Feche a garrafa com o sensor OXITOP e pressione simultaneamente as teclas **M** e **S**, por 2 segundos.

Obs.: Aparecerá 00 no visor, indicando que o sistema foi zerado.

- Coloque a garrafa sobre o sistema de agitação dentro da Incubadora.
- Registre a data e a hora que foi colocada a garrafa na incubadora e contando cinco dias, a partir desta data, marque o dia e a hora de retirada da garrafa para leitura e registro do resultado na folha de resultados.
- Ao final dos cinco dias deve-se ler os resultados no sensor do OXITOP. Para consultar o valor de DBO diário, pressionar a tecla **S** do sensor e o para o valor médio dos cinco dias, pressionar **M** que será dado em mg/L de O<sub>2</sub>.
- Multiplicar o valor dado pelo fator de escala OXITOP, relativo ao volume utilizado de amostra indicado na Tabela 1, e anotar o resultado na folha de resultados.

<b>DBO ESPERADO</b>	<b>VOLUME TOMAR DE</b>	<b>A</b>	<b>FATOR DE</b>
0 – 40	432		1
0 – 80	365		2
0 – 200	250		5
0 – 400	164		10
0 – 800	97		20
0 –	43,5		50
0 –	22,7		100

Tabela 1 – Fatores de Escala, segundo volumes e DBO esperado.

### **OBSERVAÇÕES IMPORTANTES:**

- Para realizar a análise de DBO, deve-se coletar 1 litro de amostra e preservar em geladeira, somente, durante 48 horas.
- Antes do início da realização da análise de DBO, deve-se hidratar a semente em Becker de 500 mL, durante duas horas, sob agitação no agitador magnético.
- Deve-se também retirar os nutrientes da geladeira com antecedência para que atinjam a temperatura ambiente.
- Colocar a solução Tampão Fosfato 1,5 N, com antecedência da hora da análise, no agitador magnético para que os cristais formados se desfaçam.
- Se não houver conhecimento aproximado da DBO esperado, tomar como guia o valor da DQO, pois normalmente  $DBO = DQO/2$ .
- Deve-se colocar primeiramente os nutrientes e a semente na garrafa e depois completar com a amostra para o volume indicado na Tabela 1. Pois a garrafa não pode conter mais que o volume indicado, para se respeitar a quantidade de oxigênio do ar que ficará dentro da garrafa de DBO.

## DUREZA TOTAL

### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Erlenmeyer de 500 mL
- Provetas de 250 mL
- Bureta de 25 mL
- Balão volumétrico de 250 mL, 100 mL e 1000 mL.
- Pipeta de 10 mL e 8 mL
- Balança analítica
- Espátula
- Funil
- Gral de Porcelana

### ► PREPARO DAS SOLUÇÕES

#### **Solução Tampão**

- Dissolver 1,179 g de EDTA dissódico dihidratado, 0,780 g de sulfato de magnésio ou 0,644 g de cloreto de magnésio . 6 H<sub>2</sub>O em 50 mL de água deionizada.
- Nesta solução dissolver 16,9 g de cloreto de amônia P.A.
- Adicionar 143 mL de hidróxido de amônia P.A. e diluir para 250 mL com água deionizada em balão volumétrico. **Obs.: Prazo de validade 30 dias**

#### **Solução Inibidora**

- Dissolver 5,0 g de sulfeto de sódio nonohidratado ou 3,7 g de sulfeto de sódio pentahidratado e diluir para 100 mL em balão volumétrico.

#### **Indicador Negro de Eriocromo**

- Pesar 0,2 g do indicador, misturar a 100 g de cloreto de sódio e triturar em gral de porcelana.

### **Solução Padrão de Cálcio 1.000 mg/L**

- Preparar a solução padrão por meio da diluição de uma ampola tipo Titrisol padrão de Cálcio, para um balão de 1.000 mL, completando o volume.

### **Solução Padrão de Cálcio 10 mg/L**

- A partir da solução padrão de 1.000 mg/L de Cálcio, retirar uma alíquota de 10 mL, transferir para um balão volumétrico de 1.000 mL, completar o volume.

### **Indicador de Murexida**

- Triturar 0,20 g de murexida com 100 g de cloreto de sódio em gral de porcelana.

### **Solução de EDTA 0,01M**

- Pesar exatamente 3,723 g do EDTA dihidratado e dissolver em água deionizada, diluir para 1000 mL em balão volumétrico. *Obs.: 1 mL=1 mg de carbonato de cálcio.*

### **Padronização do EDTA**

- Medir uma alíquota de 200 mL da solução de cálcio 10 mg/L, adicionar 10 mL da solução de KOH 1 M , uma ponta de espátula do indicador de murexida e titular com a solução de EDTA. *Obs.: Ponto de viragem - rosa para lilás.*

$$F = \frac{5}{\text{Volume de EDTA gasto}}$$

### **Cálculo do fator de correção**

Nota: Utilizar duas casas decimais para cálculo do fator.

## ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Medir 200 mL da amostra ou uma alíquota diluída a 200 mL
- Transferir para um erlenmeyer de 500 mL
- Adicionar 8 mL da solução tampão.
- Se não obtiver um ponto de viragem nítido, recomece o processo e adicione 8 mL da solução inibidora
- Adicionar 0,2 g do indicador negro de eriocromo com a ponta da espátula
- Titular com a solução de EDTA 0,01M até o aparecimento de cor azulada (ponto de viragem- avermelhado para azulado).
- Anotar o volume de EDTA 0,01M gasto na titulação

### Cálculo

$$\text{Dureza Total em mg/l de CaCO}_3 \\ = \text{Vol. EDTA (gasto na titulação)} \times 5$$

O resultado deverá ser calculado com uma casa decimal e transportado para a planilha de resultados:

**Onde:**

## DETERGENTES (SURFACTANTES)

### MÉTODO CRISTAL VIOLETA

Faixa de Leitura: 0 a 0,275 mg/L

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Funil de Separação de 500 mL
- Provetas de 500 mL , 10 mL e de 50 mL
- Suporte Universal
- Becker
- Cubetas de 25 mL

#### ► REAGENTES

- *Sulfate Buffer Solution*
- *Detergents Reagent Powder Pillow*

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para detergentes aniônicos (surfactantes), pressionando **1850**. Pressione **ENTER**.
- Com o auxílio de uma proveta, transfira 300 mL de amostra a um funil de separação (funil de bromo) de 500 mL.
- Adicione 10 mL de *Sulfate Buffer Solution* ao funil. Agite-o por cinco segundos.
- Adicione o conteúdo de um *Detergents Reagent Powder Pillow* ao funil. Tampe-o e agite-o até ocorrer dissolução total do reagente.
- Adicione 30 mL de benzeno ao funil. Tampe-o e agite-o gentilmente por 1 (um) minuto.

Obs.:

1. A perda de qualquer quantidade de reagente causará erros na análise.
  2. Evite contato do reagente com a pele.
  3. Manuseie benzeno somente em local bem arejado.
- Conecte o funil de separação a um suporte universal e pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 30 minutos terá início.

Obs.: agitação excessiva poderá causar emulsão. O q irá requerer um maior tempo de separação das fases.

Após 30 minutos de reação remova a tampa e drene a fase aquosa. Descarte-a em frasco apropriado.

Obs.: Soluções contendo benzeno devem ser descartadas segundo norma adequada.

- Drene a fase orgânica (benzeno, superior) para uma cubeta de 25 mL (esta será a amostra).  
Obs.: A fase orgânica (benzeno) não deverá ser filtrada antes da análise, pois poderá ocorrer perda da coloração desenvolvida pelo reagente.
- Preencha outra cubeta com 25 mL de benzeno (este será o branco).
- Coloque a cubeta com o branco no compartimento de análise. Feche a tampa protetora.
- Pressione a tecla **ZERO**, para zerar o branco.
- Coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**, o resultado em mg/L de detergente aniônico como LAS será mostrado.

## COBRE

MÉTODO BICINCHONINATE

Faixa de Leitura: 0 a 5 mg/L

### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de 25 mL
- Proveta de 100 mL
- Becker de 250 mL
- Pipetas de 5 mL
- Banho-maria ou Chapa Aquecedora
- pHmetro

### ► REAGENTES E SOLUÇÕES

- *CuVer 1 Cooper Reagent Powder Pillow*
- Solução de Ácido Nítrico 65% (concentrado).
- Solução de Ácido Clorídrico 1: 1
- Solução padrão de NaOH 5N.

### ► PREPARO DAS SOLUÇÕES

#### **Solução de Ácido Clorídrico 1: 1**

- Em um balão volumétrico de 1000 mL colocar 500 mL de Ácido Clorídrico e completar o volume com água deionizada.



### Solução de Ácido Nítrico 65%

- Solução comprada pronta

### Solução Padrão de NaOH 5N

- Pesar 200 g de Hidróxido de Sódio e dissolver em um pouco de água deionizada e diluir a 1 litro;

## ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Fazer a digestão da amostra.

#### Procedimento Padrão de Digestão da Amostra

- Medir 100 mL da amostra (bem homogeneizada) em uma proveta e transferi-la a um béquer.
- Adicione 5 mL de ácido clorídrico (HCl) 1:1 e 0,5 de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) 65%.
- Aqueça-o em banho-maria ou placa aquecedora até que o volume tenha sido reduzido para 20 mL. *Obs.: Faça com que a amostra não entre em ebulição.*
- Após este tratamento, a amostra deve ser filtrada para remover qualquer material insolúvel.
- Ajuste o pH da amostra digerida para 4 (quatro).  
*Obs.: Com adição lenta da Solução Padrão de Hidróxido de Sódio (NaOH) 5N, para subir o pH e a Solução de Ácido Clorídrico (HCl) para baixar o pH.*
- Homogenize e verifique o pH após cada adição.
- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para bicinchoninate copper, pressionando **1700**. Pressione **ENTER**.
- Encha a cubeta com 10 mL da amostra digerida.
- Adicione o conteúdo do reagente *Powder Pillows CuVer 1 Copper* a cubeta da amostra (amostra preparada). Agite para misturar.

*Obs.: A cor roxa irá se desenvolver se o cobre estiver presente.*

- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 2 minutos terá início.
- Quando encerrar o tempo de reação, encha a segunda cubeta com a amostra (branco) com 10 mL da amostra. Coloque o branco no compartimento de análise e feche a tampa protetora.
- Pressione o **ZERO** para zerar o branco.
- Dentro de 30 minutos, após o tempo de reação, coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. Os resultados serão indicados em mg/L de Cobre.

## SULFATO

### MÉTODO SULFAVER 4

Faixa de Leitura: 0 a 70 mg/L

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de 25 mL

#### ► REAGENTES

- *SulfaVer 4 Reagent Powder Pillow*

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para Sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), pressionando **3450**. Pressione **ENTER**.
- Preencha a cubeta com 25 mL da amostra.

Obs.: Filtre amostras com alta turbidez ou coloridas.

- Adicione o conteúdo de um *SulfaVer 4 Reagent Powder Pillow* a cubeta (amostra preparada). Agite-a para misturar.

Obs.: Turbidez branca irá aparecer se o sulfato estiver presente. A precisão não será afetada pela não dissolução de todo o reagente.

- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 5 minutos terá início.

Obs.: Deixe a amostra em repouso.

- Encha a segunda cubeta com 25 mL da amostra (branco).
- Quando o tempo de reação acabar, coloque o branco no compartimento de análise e feche a tampa protetora.
- Pressione o **ZERO** para zerar o branco.
- Coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. Os resultados serão indicados em mg/L de Sulfato.

Obs.: Faça a leitura dentro de um intervalo de 5 minutos.

## FLUORETO

### MÉTODO SPANDS

Faixa de Leitura: 0 a 2 mg/L

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de 25 ML
- Pipetas de 10 mL e 2 mL

#### ► REAGENTES

- SPANDS Reagent

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para Fluoreto (F<sup>-</sup>), pressionando **1900**. Pressione **ENTER**.
- Pipete 10 mL da amostra para uma cubeta (amostra preparada).
- Pipete 10 mL de água deionizada para uma segunda cubeta (o branco).
- Adicione 2 mL do reagente SPANDS em cada cubeta. (amostra preparada). Agite para misturar.

Obs.: A cor branca (turva) irá se desenvolver se o sulfato estiver presente.

- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 1 (um) minuto terá início.
- Quando o tempo de reação acaba, coloque o branco no compartimento de análise e feche a tampa protetora.

- Pressione o **ZERO** para zerar o branco.
- Coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. Os resultados serão indicados em mg/L de Sulfato.

## **FERRO TOTAL**

### MÉTODO FERROVER

Faixa de Leitura: 0 a 3 mg/L

#### ► **EQUIPAMENTOS E MATERIAIS**

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de 25 ML
- Pipeta de 10 mL

#### ► **REAGENTES E SOLUÇÕES**

- *FerroVer Iron Reagent*
- Solução de Ácido Nítrico 65% (concentrado).
- Solução de Ácido Clorídrico 1: 1
- Solução padrão de NaOH 5N.

#### ► **PREPARO DAS SOLUÇÕES**

##### **Solução de Ácido Clorídrico 1: 1**

- Em um balão volumétrico de 1000 mL colocar 500 mL de Ácido Clorídrico e completar o volume com água deionizada.

##### **Solução de Ácido Nítrico 65%**

- Solução comprada pronta

### Solução Padrão de NaOH 5N

- Pesar 200 g de Hidróxido de Sódio e dissolver em um pouco de água deionizada e diluir a 1 litro;

## ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Fazer a digestão da amostra.

### Procedimento Padrão de Digestão da Amostra

- Medir 100 mL da amostra (bem homogeneizada) em uma proveta e transferi-la a um béquer.
- Adicione 5 mL de ácido clorídrico (HCl) 1:1 e 0,5 de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) 65%.
- Aqueça-o em banho-maria ou placa aquecedora até que o volume tenha sido reduzido para 20 mL. *Obs.: Faça com que a amostra não entre em ebulição.*
- Após este tratamento, a amostra deve ser filtrada para remover qualquer material insolúvel.
- Ajuste o pH da amostra digerida para 4 (quatro).  
*Obs.: Com adição lenta da Solução Padrão de Hidróxido de Sódio (NaOH) 5N, para subir o pH e a Solução de Ácido Clorídrico (HCl) para baixar o pH.*
- Homogenize e verifique o pH após cada adição.
- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para Ferro (Fe), pressionando **2165**. Pressione **ENTER**.
- Pipete 10 mL da amostra para uma cubeta (amostra preparada).
- Adicione o conteúdo de um FerroVer Iron Reagent Powder Pillow for 10 mL a cubeta com a amostra. Agite-a para misturar.  
*Obs.: A cor alaranjada irá se desenvolver se o ferro estiver presente. A precisão da análise não será afetada se o reagente não se dissolver totalmente.*
- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 3 (três) minutos terá início.



- Pipete 10 mL da amostra para uma segunda cubeta (este será o branco).
- Quando o tempo de reação acabar, coloque o branco no compartimento de análise e feche a tampa protetora.
- Pressione o **ZERO** para zerar o branco.
- Coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. Os resultados serão indicados em mg/L de Ferro.

## **TURBIDEZ**

Faixa de Leitura: 0 a 1000 NTU

### ► **EQUIPAMENTOS E MATERIAIS**

- Turbidímetro
- Cubetas de 15 mL
- Padrões de turbidez (acompanha o aparelho)
- Papel absorvente

### ► **PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Ligar o aparelho deixar estabilizar checar a calibração com padrões para várias faixas de turbidez.
- Homogeneizar a amostra e encher a cubeta até a marca.
- Enxugar bem as paredes externas e o fundo da cubeta.
- Colocar no compartimento fazer coincidir a seta da cubeta com a marca no equipamento.
- Esperar estabilizar e fazer a leitura.
- Os resultados serão transportados para planilha de resultados.

## POTENCIAL HIDROGENIÔNICO - pH

### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- pH-metro
- Eletrodo de pH
- Becker
- Frasco lavador (pissete)
- Papel absorvente

### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Ligar o pH-metro para que o mesmo estabilize.
- Lavar bem o eletrodo com água deionizada e enxugá-lo com papel absorvente tomando cuidado de não friccionar o eletrodo.
- Calibrar o aparelho com a solução tampão de pH 4, retirar a solução lavar o eletrodo e enxugá-lo. Em seguida colocara solução de pH 7 e fazer a leitura. Retirar e enxugar novamente o eletrodo.
- Caso seja feito algum ajuste, repetir as etapas anteriores.
- Colocar a amostra, esperar estabilizar e fazer a leitura com duas casas decimais.
- Os resultados serão transportados para planilha de resultados.

Obs: Após o uso deixar o eletrodo submerso em solução de KCl 3M

## CÁLCIO

### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Erlenmeyer de 500 mL
- Balão Volumétrico de 1000 mL
- Pipeta de 10 mL
- Funil
- Bureta de 25 mL
- Balança Analítica
- Proveta de 250 mL
- Espátula
- Gral de porcelana

### ► PREPARO DE SOLUÇÕES

#### **Solução de Indicador Misto (Difenilcarbazona + Azul de Bromofenol)**

- Dissolver 5,0g de difenilcarbazona em pó P.A. e 0,50 g de azul de bromofenol P.A. em 750 mL de álcool etílico 95% e diluir para 1000 mL com álcool, em balão volumétrico.

#### **Solução de Hidróxido de Potássio (KOH)1M**

- Pesar 56,102 g de hidróxido de potássio P.A. diluir em água deionizada e completar o volume para 1000 mL em balão volumétrico

#### **Solução Padrão de Cálcio 1.000 mg/L**

- Preparar a solução padrão por meio da diluição de uma ampola tipo Titrisol padrão de Cálcio, para um balão de 1.000 mL, completando o volume.

### **Solução Padrão de Cálcio 10 mg/L**

- A partir da solução padrão de 1.000 mg/L de Cálcio, retirar uma alíquota de 10 mL, transferir para um balão volumétrico de 1.000 mL, completar o volume.
- Observação: Caso seja preparada a solução de Carbonato de Cálcio 0,01 M, proceder conforme item 6 (abaixo).

### **Solução de EDTA 0,01M**

- Pesar exatamente 3,723g do reagente seco e dissolver em água deionizada. Diluir para 1000mL em balão volumétrico
- Guardar a solução em frasco de polietileno

### **Padronização do EDTA**

- Medir uma alíquota de 200 mL da solução de cálcio 10 mg/l, adicionar 10 mL da solução de KOH 1 M , uma ponta de espátula do indicador de murexida e titular com a solução de EDTA (ponto de viragem - rosa para lilás)

### **Cálculo do fator de correção**

$$F = \frac{5}{\text{volume de EDTA gasto}}$$

Nota : Utilizar duas casas decimais para cálculo do fator

### **Indicador de Murexida**

- Triturar 0,20 g de murexida com 100 g de cloreto de sódio em gral de porcelana

### **Solução de Carbonato de Cálcio 0,01M**

- Pesar 1 g de carbonato de cálcio P.A. anidro, colocar em erlenmeyer de 500 mL. Através de um funil adicionar, pouco a pouco, solução de ácido clorídrico 1:1 até que todo o carbonato tenha sido dissolvido
- Adicionar 200 mL de água deionizada e aquecer até a fervura por alguns minutos a fim de expelir o CO<sub>2</sub>
- Esfriar, adicionar algumas gotas de vermelho de metila e ajustar a cor para alaranjado pela adição de hidróxido de amônio 3 N ou HCl 1:1 se for o caso, transferir para um balão volumétrico de 1000 mL e completar o volume.

Obs.: ( 1 mg de carbonato de cálcio = 1 mL de solução).

### **► PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Medir 200 mL da amostra ou uma alíquota diluída a 200 mL e transferir para um erlenmeyer de 500 mL
- Adicionar 10 mL da solução de hidróxido de potássio 1 M e agitar bem.
- Adicionar uma ponta de espátula do indicador de murexida
- Titular com a solução padronizada de EDTA 0,01M , vagarosamente, com contínua agitação até o ponto final de viragem (rosa para lilás)
- Anotar o volume de EDTA 0,01M gasto na titulação

## Cálculo

O resultado deverá se calculado com uma casa decimal e transportado para a planilha de resultados.

$$\text{Cálcio em mg/l de CaCO}_3 = V (\text{EDTA}) \times F \times 2$$

Onde:

V = volume de EDTA gasto na titulação da amostra

F = fator de correção da solução de EDTA

## NITRATO

### MÉTODO FENOLDISSULFÔNICO

Faixa de Leitura: 0,03 a 1,2 mg/L

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

Espectrofotômetro

Tubo de Nessler de 100 mL

Funil de vidro

Bastão de vidro

Vidro de relógio

Balão volumétrico de 1000 mL

Cápsula de porcelana

Bomba de vácuo

Pipetas de 2 mL e 5 mL

Becker de 250 mL

Papel de filtro

Espátulas

Banho Maria

Capela

Chapa Aquecedora

Conjunto de filtração

#### ► PREPARO DE SOLUÇÕES

**Solução Padrão de Sulfato de Prata (AgSO<sub>4</sub>) onde 1 mL = 1,0 mg de cloreto**



- Dissolver exatamente 4,397 g de Sulfato de Prata ( $\text{AgSO}_4$ ) com P. A, isento de nitratos, em água deionizada e diluir para 1000 mL em balão volumétrico

### **Solução de Ácido Fenoldissulfônico**

- Dissolver em cápsula de porcelana, 25 g de Fenol branco P. A em 225mL de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado P.A. Adicionar lentamente.
- Agitar bem e aquecer em banho-maria por 2 horas

### **Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 12 N**

- Dissolver 480 g de Hidróxido de Sódio (NaOH) P. A em água deionizada, esfriar à temperatura ambiente e completar o volume para 1000 mL com água deionizada em balão volumétrico

### **Suspensão de Hidróxido de Alumínio [ $\text{Al}(\text{OH})_3$ ]**

- Dissolver 125 g de Alumínio de Potássio [ $\text{K}_2 \text{Al}_2 (\text{SO}_4) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$ ] ou Sulfato Duplo de Alumínio e Amônio [ $(\text{NH}_4)_2 \text{Al}_2 (\text{SO}_4)_4 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$ ] em água deionizada e diluir para 1000 mL
- Aquecer a  $60^\circ\text{C}$ , vagarosamente, adicionar 55 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  P. A com constante agitação. Deixar em repouso durante 1 hora e transferir a mistura para um béquer de 2 litros e lavar o precipitado por sucessivas adições, decantações e agitação com água deionizada até completa retirada da amônia ou, possivelmente cloretos.

### **Solução de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) - 1N**

- Diluir 28,0 mL de ácido sulfúrico P.A. em 1000 mL de água deionizada.

### **Solução de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) - 0,02N**

- Diluir 20 mL da solução anterior em 1000 mL de água recentemente deionizada.

**Solução Estoque de Nitrato (100 mg/l)**

- Dissolver exatamente 0,7218g de Nitrato do Potássio P.A anidro, seco a 105 °C por 2 horas, em água deionizada e diluir para 1000 mL em balão volumétrico. Preservar com 2 mL de clorofórmio por litro de solução.

**Solução Padrão de nitrato (2mg/l)**

- Diluir 10,0 mL da solução estoque de nitrato para 500 mL com água deionizada em balão volumétrico.

**Solução Padrão de nitrato (5mg/l)**

- Diluir 25,0 mL da Solução estoque de Nitrato para 500 mL com água deionizada, em balão volumétrico.

**Curva de Calibração (Fenoldissulfônico)**

- Preparar a curva de calibração utilizando a solução padrão conforme tabela abaixo. Transferir para os Becker e processar as análises conforme procedimento adotado para as amostras
- Calcular a inclinação da curva (a) e a interseção (b) pelo método de regressão linear ou registrar os novos valores.

Padrões:

<b>CONCENTRAÇÃO DOS PADRÕES MG/L</b>	<b>SOLUÇÃO PADRÃO ML</b>	<b>VOLUME FINAL ML</b>
0,1	5,0	100
0,2	10,0	100
0,4	20,0	100
0,5	25,0	100

0,8	40,0	100
1,0	50,0	100
1,2	60,0	100
branco	água deionizada	100

### Cálculo:

Utilizar a curva de calibração, se o equipamento não ler diretamente às concentrações.

$$\mathbf{N. NO_3 (mg/L) = \frac{Abs - b}{a}}$$

Onde: a = coeficiente angular

b = coeficiente linear, calculados a partir de uma curva de calibração por regressão linear. Abs é a absorvância lida da amostra, já descontada a absorvância lida do branco.

Expressar o resultado em mg/l com duas casas decimais, se este for superior a 0,03 mg/l. Caso contrário, expressar o resultado como < 0,031 mg/L.

Analisar uma alíquota contendo apenas água deionizada (branco), sob as mesmas condições da amostra.

## ► OPERAÇÕES PRELIMINARES

### **Eliminação da Cor**

- Se a amostra se apresentar colorida, efetuar a descoloração pela adição de 3 mL da suspensão de Hidróxido de alumínio a 150 mL da amostra. Agitar, deixar em repouso por alguns minutos e filtrar desprezando as primeiras porções do filtrado

### **Eliminação do Cloreto (para amostras com cloreto superior a 30 mg/l)**

- Determinar o volume do Sulfato de Prata (1 mL = 1,0 mg de cloreto) necessário para precipitar os cloretos de 100 mL da amostra. Se o volume gasto do Sulfato de Prata for inferior a 3 mL, dispensar a operação que será dada a seguir, caso contrário proceder da seguinte forma:
- Adicionar à amostra um pouco mais que o volume requerido de Sulfato de Prata e uma pequena quantidade da Suspensão de Hidróxido de Alumínio. Misturar e deixar em repouso por alguns minutos
- Filtrar e recolher o filtrado em cápsula de porcelana
- Determinar o Volume de Ácido Sulfúrico 0,02 N necessário para neutralizar a alcalinidade de 100 mL da amostra conforme procedimento descrito para alcalinidade.
- Pipetar 100 mL da amostra clarificada, isenta de interferentes, transferir para uma cápsula de porcelana e adicionar o volume de ácido sulfúrico 0,02 N determinado no teste anterior. Neutralizar a um pH 7,0 e evaporar em chapa de aquecimento até a secura.

## ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Em um Becker de 250 mL adicionar uma alíquota de 100 mL da amostra.
- Levar a secura em chapa aquecedora.
- Deixar esfriar
- Adicionar 2 mL da Solução de Ácido Fenoldissulfônico e raspar bem com bastão de vidro umedecendo as paredes do Becker para facilitar o contato do reagente com o resíduo.
- Diluir até 20 mL com água deionizada. Adicionar cuidadosamente e com agitação 6 a 7 mL da Solução de Hidróxido de Sódio 12 N até o desenvolvimento da cor amarela.

- Filtrar, se necessário, para tubo de Nessler de 100 mL , lavar o becker e o papel de filtro com água deionizada até que toda solução colorida tenha sido transferida quantitativamente para o tubo.
- Completar o volume e homogeneizar por inversão
- Fazer a leitura em espectrofotômetro a um comprimento de onda de 410 nm

## NITRITO

### MÉTODO DE SULFANILAMIDA E N-(1- NAFTIL) - ETILENODIAMINA

**Faixa de Leitura: 0,002 a 0,06 mg/L**

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Tubos de Nessler de 50 mL
- Pipetas Graduadas de 5 mL
- Pipetas Volumétricas de 50 mL
- Papel de filtro 0,45  $\mu\text{m}$
- Conjunto para filtração

#### ► PREPARO DE SOLUÇÕES

##### **Solução de Ácido Sulfanílico (Solução A)**

- Dissolver 8,0g de ácido sulfanílico P.A em 750mL de água deionizada e adicionar 250mL de ácido acético glacial P.A.

##### **Solução de Acetato de Alfaftilamina (Solução B)**

- Adicionar 750mL de água deionizada, 250mL de ácido acético glacial P.A. Homogeneizar a solução e dissolver na mesma 5,0g de alfaftilamina P.A. Filtrar a solução, se necessário, em lã de vidro e guardá-la em frasco escuro ao abrigo da luz e de preferência em refrigerador. Um precipitado poderá aparecer após uma semana de uso, sem comprometimento da qualidade da solução.

#### **CURVA DE CALIBRAÇÃO**

##### **Solução Estoque de Nitrito**

- Dissolver exatamente 1,232 g de Nitrito de Sódio em água deionizada e diluir para 1000 mL em balão volumétrico. Preservar esta solução com 1 mL de clorofórmio

$$1 \text{ mL} = 0,25 \text{ mg/l de N} \cdot \text{NO}_2 \text{ (250 mg/l)}$$

### Solução Intermediária de Nitrito

- Pipetar exatamente 50 mL da solução estoque e diluir para 250 mL com água deionizada. Dessa solução pipetar exatamente 10 mL e diluir para 1000 mL em balão volumétrico

$$1 \text{ mL} = 0,0005 \text{ mg N} \cdot \text{NO}_2 \text{ (0,5 mg/l)}$$

### PADRÕES

Processar as análises dos padrões conforme procedimento para as amostras. Caso o equipamento leia apenas absorbância, calcular a curva de calibração pelo método da regressão linear.

Se o equipamento já fizer a leitura em concentração anote os resultados ou grave-os.

Concentração dos Padrões	Solução Intermediária	Volume Final
mg/L	mL	mL
0,005	1,0	100
0,010	2,0	100
0,015	3,0	100
0,020	4,0	100
0,030	6,0	100
0,040	8,0	100
0,050	10,0	100
Branco	Água Deionizada	100

### ► PROCEDIMENTO ANALITICO

- Se a amostra estiver colorida ou contiver sólidos em suspensão, filtrá-la utilizando papel de filtro 0,45 µm

- Medir 50mL de amostra, transferir para um tubo de Nessler, adicionar 1mL de ácido sulfanílico (solução A) e agitar bem. Deixar em repouso por 3 minutos, adicionar 1mL da solução de acetato de alfa-naftilamina (solução B)
- Esperar 20 minutos e fazer a leitura em comprimento de onda de 510nm.
- Preparar uma prova em branco utilizando 50mL de água deionizada

## Cálculo

Obs.1: Se o resultado encontrado for menor que 0,002mg/l expresse-o como < 0,002mg/l.

Onde: abs = absorbância da amostra já

descontada a abs. do

branco

$\text{N-NO}_2(\text{mg/l}) = \frac{\text{abs.} - b}{\text{abs.} - b}$
--



## NITRATO

### MÉTODO DA REDUÇÃO DE CÁDMIO

0 a 30 mg/L

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de 25 mL

#### ► REAGENTE

- *NitraVer 5 Nitrate Reagent Powder Pillow*

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para Nitrato, pressionando **2530**. Pressione **ENTER**.
- Transfira 25 mL da amostra para uma cubeta.
- Adicione o conteúdo de um *NitraVer 5 Nitrate Reagent Powder Pillow* a cubeta. (este será a amostra). Tampe-a.
- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 1 (um) minuto terá início. Agite vigorosamente a cubeta durante esse intervalo.

Obs.: A técnica e o tempo de agitação influenciarão no desenvolvimento da cor.

Um depósito de metal não oxidado permanecerá no fundo da cubeta, após a dissolução do reagente NitraVer 5, este depósito não afetará a precisão da análise.

- Quando o tempo de reação de 1 minuto acabar, pressione **COMEÇAR CRONÔMETRO**. O tempo de reação de 5 minutos terá início.

Obs.: Deixe a amostra em repouso.

Coloração âmbar se desenvolverá se nitrogênio estiver presente.

- Transfira 25 mL da amostra para outra cubeta (este será o branco). Coloque a cubeta no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **ZERO**.
- Coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. O resultado será indicado em mg/L de Nitrato ( $\text{NO}_3^- \text{N}$ ).

## NITRITO

### MÉTODO DO SULFATO FERROSO

**Faixa de Leitura: 0 a 250 mg/L**

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/4000 UV-VIS
- Cubetas de 25 mL

#### ► REAGENTE

- *NitriVer 2 Nitrite Reagent Powder Pillow*

#### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para Nitrito, pressionando **2600**. Pressione **ENTER**.
- Preencha uma cubeta com 10 mL da amostra.
- Adicione o conteúdo de um *NitriVer 5 Nitrite Reagent Powder Pillow* a cubeta. Tampe-a e agite-a (este será a amostra).

Obs.: Coloração marrom esverdeada se desenvolverá se nitrito estiver presente.

- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 10 (dez) minutos terá início.

Obs.: É de extrema importância que a amostra permaneça em repouso durante esse período, caso contrário serão obtidos resultados abaixo do esperado.

- Preencha outra cubeta com 10 mL de amostra (este será o branco). Coloque a cubeta no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **ZERO**.
- Quando o tempo de reação acabar, inverta gentilmente a amostra duas vezes. Remova a tampa.

Obs.: Evite agitação excessiva, ou resultados abaixo do esperado poderão ser obtidos.

- Coloque a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. O resultado será indicado em mg/L de Nitrito expresso como Nitrogênio ( $\text{NO}_2^-$ -N).

## COLIFORMES

### MÉTODO COLILERT

#### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Erlenmeyer de 250 mL
- Cartela Quanti-tray
- Estufa de esterilização e secagem
- Frasconete de Meio Colilert
- Gabinete de leitura com lâmpada ultravioleta - 365 nm
- Incubadora Bacteriológica a 35 ° C
- Seladora para cartelas Quanti-tray
- Água Deionizada
- Tabela de Cálculo de NMP para o Método Colilert.
- Autoclave

#### ► **REAGENTES**

- Meio de Cultura Colilert

#### ► **PROCEDIMENTO ANALÍTICO**

- Transferir os 100 mL da amostra (diluída ou não) para um Erlenmeyer.
- Adicionar um frasconete de colilert e agitar até a completa dissolução do reagente. **Obs.:** Tomar cuidado para que a mistura não vaze durante a homogeneização.
- Identificar a cartela quanti-tray com a data da coleta e o código da amostra.
- Abrir a cartela quanti-tray puxando a lingüeta e fazendo pressão na sua porção superior, sendo que o lado de plástico contendo as células fique em contato com a palma da mão.
- Verter a mistura na cartela quanti-tray tomando cuidado para que não ocorram respingos e que todo o volume seja transferido.

Obs.: Despejar levemente a amostra dentro da cartela, para evitar ao máximo a formação de bolhas.

- Em seguida, dar ligeiras batidas com a ponta dos dedos na cartela, para eliminar as bolhas formadas, e dobrar a lingüeta da cartela.
- Selar a cartela na seladora pré-aquecida.
- Incubar as cartelas em incubadora bacteriológica a  $35^{\circ}\text{C} + 0,5^{\circ}\text{C}$  por 24 horas.
- Após o período de incubação, proceder à leitura das cartelas.

## ► LEITURA DAS CARTELAS QUANTI-TRAY

- Contar o número de células grandes e pequenas que apresentem coloração amarela e anotar no mapa de análise nos campos referentes a Coliformes Totais.
- Em seguida, expor a cartela à luz UV de 365 nm e novamente contar as células grandes e pequenas que apresentem fluorescência azul. Anotar a contagem nos campos referentes a E. coli.
- A leitura deverá ser realizada no período de 24 horas. Caso a coloração amarelada das células esteja muito clara dificultando a leitura, este pode ser estendido por mais 4 horas no máximo. A leitura nunca poderá ser efetuada após 28 horas de incubação.
- Se a leitura não puder ser efetuada no período de 28 horas e a amostra estiver amarelada deve-se fazer nova análise desta amostra. Se esta permanecer sem coloração, o resultado  $<1$  NMP/ 100mL pode ser considerado.
- O resultado da análise é obtido utilizando a da tabela de NMP/ 100mL. A interseção de células grandes e pequenas define o resultado em NMP/ 100mL da amostra.
- Caso tenha sido usada diluição da amostra o resultado da tabela é multiplicado pelo fator de diluição.

## MANGANÊS

**Faixa de Leitura: 0.006 to 0.700 mg/L Mn**

### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Espectrofotômetro DR/5000 UV-VIS
- Cubetas de 25 mL

### ► REAGENTES

- *Ascorbic Acid Powder Pillow*
- *Rochelle Salt Solution*
- *Alkaline-Cyanide Reagent Solution*
- *0,1% PA Indicator Solution*

### PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pressione a tecla **HACH PROGRAM**. Selecione programa para Manganês, pressionando **2260**. Pressione **ENTER**.
- Preencha uma cubeta com 10 mL de água deionizada (este será o branco).
- Preencha outra cubeta com 10 mL de amostra e adicione o conteúdo de um *Ascorbic Acid Powder Pillow* a cada cubeta. Agite-as.

Obs.: Para amostras contendo dureza acima de 300 mg/L como  $\text{CaCO}_3$ , adicione 04 gotas de solução *Rochelle Salt Solution* após adição de *Ascorbic Acid Powder Pillow*.

- Adicione 15 gotas de *Alkaline – Cyanide Reagent Solution* para cada cubeta. Agite-as.
- Adicione 2 gotas de *0,1% PAN Indicator Solution* a cada cubeta. Agite-as.

Obs.: Coloração alaranjada se desenvolverá se manganês estiver presente.

- Pressione a tecla **COMEÇAR CRONÔMETRO**. Um período de reação de 2 (dois) minutos terá início.

Obs.: Se a amostra conter grande quantidade de ferro (acima de 5 mg/L), aguarde 10 minutos para desenvolvimento completo de cor.

- Quando o tempo de reação acabar coloque o branco no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **ZERO**.
- Coloque a cubeta com a amostra preparada no compartimento de análise. Feche a tampa protetora e pressione **LER**. O resultado será indicado em mg/L de Manganês.



## **NITROGÊNIO TOTAL, ORGÂNICO E TKN**

### **MÉTODO KJELDAHL**

#### ► **EQUIPAMENTOS E MATERIAIS**

- Pipetas de 10 mL, 5 mL, 50 mL e 2 mL
- Becker de 150 mL
- Balão de Digestão
- Capela
- Vidros de Relógio
- Gral e Pistilo
- Aparelho de destilação
- Balança analítica
- Erlenmeyer de 125ml
- Aparelho de Digestão KJEDAHL
- Proveta de 250 mL
- Balão Volumétrico de 100 mL, 1000 mL

#### ► **PREPARO DE SOLUÇÕES**

##### **Mistura Digestora**

- Pulverizar Sulfato de Potássio ( $K_2SO_4$ ) e Sulfato de Cobre ( $CuSO_4$ ) na proporção de 3 : 1
- Dissolver 20 g da mistura em 200 ml de água destilada e adicionar lentamente 200 ml de ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ ).

### **olução de Hidróxido de Sódio 12 N**

- Dissolver 480 g de NaOH em água destilada e completar o volume para 1000 mL com água destilada em balão volumétrico.

### **Vermelho de Metila**

- Pesar 0,2 g do indicador, dissolver em 50 ml de Álcool Etílico a 95%, completando com água destilada até 100 ml em balão volumétrico.

### **Azul de Metileno**

- Pesar 0,2 g do indicador, dissolver em 50ml de Álcool Etílico a 95%, completando com água destilada até 100 ml em balão volumétrico.

### **Indicador Misto**

- Misturar o indicador vermelho de metila com o indicador azul de metileno na proporção de 2:1.

### **Solução Indicadora de Ácido Bórico**

- Dissolver 20,0 g de Ácido Bórico ( $H_3BO_3$ ) P. A em água destilada isenta de Amônia, adicionar 10 ml de indicador misto e diluir para 1000 ml com água destilada isenta de Amônia, em balão volumétrico.

Obs.: esta solução é estável por 30 dias

### **Solução de Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) - 1N**

- Diluir 28,0 mL de ácido sulfúrico P.A. em 1000 mL de água deionizada.

### **Solução de Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) - 0,02N**

iluir 20 mL da solução anterior em 1000 mL de água recentemente deionizada.

### **Mistura Digestora ( Método UV)**

- Dissolver 20,1 g de Persulfato de Potássio e 3,0 g de Hidróxido de Sódio (NaOH) em água deionizada e diluir para 1000 ml.

### **CURVA DE CALIBRAÇÃO**

#### **I – Solução Estoque (1000 mg/l de N).**

- Pesar 5,3595 g de glicina P. A. e dissolver em água deionizada para 1000 mL.

#### **II – Solução Intermediária I (100 mg/l de N).**

- Diluir a solução anterior (Estoque) na proporção 1:10.

#### **III – Solução Intermediária II (10 mg/l de N).**

- Diluir a solução Intermediária I na proporção 1:10.

### **Padrões**

<b>Padrões (mg/l)</b>	<b>Solução Intermediária II (ml)</b>	<b>Volume Final (ml)</b>
branco	0,0	10
0,1	0,1	10
0,2	0,2	10
0,5	0,5	10
0,8	0,8	10
1,0	1,0	10

	1,5	10
2,0	2,0	10
2,5	2,5	10
3,0	3,0	10
4,0	4,0	10
5,0	5,0	10

## ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Pipetar 20 ml da amostra e transferir para o balão de digestão
- Adicionar 2ml da mistura digestora
- Digerir em aparelho de digestão KJELDAHL durante 45 minutos com aquecimento moderado ou até o aparecimento de fumos brancos.
- Esfriar até temperatura ambiente
- Com o balão de digestão acoplado ao sistema, adicionar lentamente 10 ml de hidróxido de sódio 12 N por meio do funil de adição apropriado e existente no sistema.
- Lavando o mesmo com 20 ml de água destilada.
- Recolher o destilado em erlenmeyer de 125 ml, contendo 20 ml do indicador de Ácido Bórico, até um volume de 75 ml
- Titular com solução de Ácido Sulfúrico 0,002 N até o ponto de viragem (lilás brilhante)
- Fazer uma prova em branco utilizando água destilada, seguindo o mesmo procedimento
- Anotar o volume gasto da solução de Ácido Sulfúrico para titulação do branco e da amostra

## Cálculos

Todos os resultados deverão ser expressos em mg/l , com duas casas decimais e transportados para a planilha de resultados.

$$\text{TKN(mg/l)} = \frac{(A - B) \times 280}{\text{Volume da Amostra (mL)}} \times F$$

Onde:

A = Volume de Ácido Sulfúrico 0,02 N gasto na titulação da amostra

B = Volume de Ácido Sulfúrico 0,02 N gasto na titulação do branco

F = Fator de correção da solução de ácido sulfúrico (0,99)

### Nitrogênio Total

$$\text{Nitrogênio Total (mg/l)} = \text{TKN} + \text{N.NO}_3 + \text{N.NO}_2$$

Onde:

N.NO<sub>3</sub> - Nitrogênio sob a forma de nitratos (mg/L), obtido através da análise de nitratos.

N.NO<sub>2</sub> - Nitrogênio sob a forma de nitritos (mg/l), obtido através da análise de nitritos.

### Nitrogênio Orgânico

$$\text{Nitrogênio Orgânico} = \text{TKN} - \text{N.NH}_3$$

Onde:

N.NH<sub>3</sub> - Nitrogênio sob a forma de amônia (mg/l), obtido através da análise de amônia.

## CONDUTIVIDADE E

### SÓLIDOS DISSOLVIDOS TOTAIS (SDT)

#### ▶ EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Condutivímetro
- Eletrodo do condutivímetro
- Becker
- Frasco lavador (pissete)
- Papel absorvente

#### ▶ SOLUÇÃO

- Padrão de Condutividade *Sodium Chloride Standard Solution* 10 $\mu$ s/cm.

#### ▶ PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Ligar o condutivímetro e aguardar a estabilização, pressionando a tecla EXIT.
- Lavar bem o eletrodo com água deionizada e enxugá-lo com papel absorvente tomando cuidado de não friccionar o eletrodo.
- Calibrar o aparelho com a solução Padrão de Condutividade *Sodium Chloride Standard Solution* 10 $\mu$ s/cm, retirar a solução lavar o eletrodo e enxugá-lo.
- Imergir o eletrodo na amostra, e proceder a leitura pressionando COND e em seguida READ ENTER, esperar estabilizar.
- Ao término da leitura o resultado aparecerá no visor do aparelho em  $\mu$ s/cm.
- Para a visualização dos Sólidos Dissolvidos Totais deve-se pressionar a tecla TDS.
- Anotar os resultados na planilha de resultados.

## OXIGÊNIO DISSOLVIDO

### ► EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

- Oxímetro
- Eletrodo do oxímetro
- Becker
- Frasco lavador (pissete)
- Papel absorvente

### ► PROCEDIMENTO ANALÍTICO

- Ligar o oxímetro e aguardar a estabilização, pressionando a tecla ON/OFF.
- Calibrar o aparelho com o OXICAL (protetor) e em seguida retirá-lo com cautela.
- Lavar bem o eletrodo com água deionizada e enxugá-lo com papel absorvente tomando cuidado de não friccionar o eletrodo.
- Imergir o eletrodo na amostra, e proceder a leitura pressionando RUN ENTER e em seguida READ ENTER, esperar estabilizar.
- Ao término da leitura o resultado aparecerá no visor do aparelho em mg/L de O<sub>2</sub>.
- Anotar o resultado na planilha de resultados.

## **FÓSFORO TOTAL**

### **Equipamento e Material:**

- Espectrofotômetro ajustado para leitura em 690nm.
- Tubos de Nessler de 100 ml
- Dispensetes graduados em 15 e 5 ml
- Bureta de 50 ml
- Autoclave
- Pipeta volumétrica de 0,5 e 10 ml
- Recipientes para digestão com tampa

### **Preparo de Soluções**

#### **Solução de Ácido Sulfúrico 25%**

- Diluir inicialmente 250 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado P.A. em 600 ml de água destilada.
- Esfriar a temperatura ambiente e completar o volume para 1000ml.

#### **Solução de Persulfato de Potássio 5% (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)**

- Dissolver 50 g de Molibdato de Amônia em 380 ml de água destilada.

#### **Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 12 N**

- Dissolver 480 g de NaOH em água destilada e completar o volume para 1000 ml.

#### **Solução de Molibdato de Amônia 2,5%**

- Dissolver 12,5 g de Molibdato de Amônia em 95 ml de água destilada.
- Diluir, separadamente, 140 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado P.A em 200 ml de água destilada. Esfriar até temperatura ambiente.
- Adicionar a solução de Ácido Sulfúrico na Solução de Molibdato de Amônia e completar o volume para 500 ml.

#### **Solução de Cloreto Estanoso (SnCl<sub>2</sub>) 2,5%**

- Dissolver 2,5 g de SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O P.A, em 100 ml de Glicerina P.A, aquecer em banho-maria agitando com um bastão de vidro até completa dissolução do sal.

#### **Solução de Fenolftaleína 0,5 %**

- Dissolver 5 g de Fenolftaleína em 1000 ml de álcool etílico.



**Solução Estoque de Fósforo – 500 mg/l - P**

- Pesar exatamente 2,195 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  P.A seco a  $110^\circ\text{C}$  por 2 horas
- Transferir para um béquer de 500 ml.
- Adicionar cerca de 200 ml de água destilada, agitar com um bastão de vidro até completa dissolução.
- Transferir esta solução para balão de 1000 ml e completar o volume com água destilada.

**Solução Intermediária I : 10 mg/l**

- Pipetar 10 ml da Solução Estoque (500 mg/l – P)
- Transferir para balão volumétrico de 500 ml e diluir até a marca com água destilada.

**CURVA DE CALIBRAÇÃO**

- Transferir com pipeta volumétrica as alíquotas da tabela a seguir, da Solução de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  de concentração 10 mg/l. para um frasco autoclavável.
- Adicionar 15 ml de Persulfato de Potássio 5% ou 0,6 g de Persulfato de Potássio P.A., 1,5 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  25% e 50 ml de água destilada.
- Autoclavar por 2 horas.
- Esfriar e colocar 3 a 4 gotas de Fenolftaleína e cerca de 2,5 ml de NaOH 12 N suficiente para neutralização e completar o volume para 100 ml em tubos de Nessler.
- Transferir 50 ml da Solução digerida para um tubo de Nessler.
- Adicionar 4ml da solução de Molibdato de Amônia - 2,5% e 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5%
- Homogeneizar a Solução do tubo de Nessler por sucessivas inversões.
- Esperar 15 minutos e proceder a leitura em 690 nm.
- Efetuar uma prova em branco.

Concentração (mg/l)	Alíquota da Solução Intermediária (ml)	Volume Final (ml)
0,00	0,0	100
0,05	0,5	100
0,10	1,0	100
0,20	2,0	100
0,30	3,0	100
0,40	4,0	100
0,50	5,0	100
0,70	7,0	100
1,00	10,0	100

Tabela 1: Alíquota para preparação de Curva de Calibração do Método do Fósforo.

## Procedimento Analítico

- Com o auxílio das pipetas volumétricas, transferir os volumes sugeridos na tabela abaixo, de amostras e reagentes para recipientes de digestão.

AMOSTRA	VOLUME DE AMOSTRA (ml)
Afluente	10
Efluente Primário	10
Efluente	50 ou 100
Amostras de Rios	100
Sobrenadante	10
Padrão	4
Polimento	100

OBS.: Adicionar 15 ml da Solução de Persulfato de Potássio 5% e 1,5 ml de Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) 25% para amostras diluídas. Para amostras a serem analisadas sem diluição, isto é, 100 ml, adicionar 0,6 g de Persulfato de Potássio ( $K_2S_2O_8$ ) e 1,5 ml de Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ).

- Também deve ser feito um branco usando água destilada.
- Tampar os frascos firmemente e autoclavar por 2 horas a 120°C.
- Desligar a autoclave, deixar cair a temperatura e pressão e retirar cuidadosamente os frascos a fim de resfriá-los.
- Após as amostras atingirem temperatura ambiente, adicionar 3 a 4 gotas de Fenolftaleína e 2,5 ml da Solução de NaOH 12 N até a neutralização da amostra.
- Transferir a Solução para um tubo de Nessler/Proveta de 100 ml e completar o volume com água destilada.
- Voltar a Solução para o recipiente anterior e transferir uma alíquota de 50 ml, ou uma alíquota diluída para tubos de Nessler de 100 ml.
- Adicionar 4ml da solução de Molibdato de Amônia - 2,5%, 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5% e homogeneizar a Solução do tubo de Nessler por sucessivas inversões.
- Esperar 15 minutos e proceder a leitura em 690 nm.
- Calcular a concentração de Fósforo na amostra conforme curva de calibração.

## Cálculos

$$\text{Concentração (P - PO}_4\text{ - mg/l)} = \frac{\text{abs} - b}{a}$$

Onde:  $a$  = coeficiente angular da reta

$b$  = coeficiente linear da reta

$abs$  = absorvância da amostra

## **ORTOFOSFATO**

### **RZA Método usuário**

### **Equipamento e Material:**

- Espectrofotômetro ajustado para leitura em 690nm.
- Tubos de Nessler de 50 ml
- Dispensetes graduados em 15 e 5 ml
- Bureta de 50 ml
- Chapa de Aquecimento
- Pipeta volumétrica de 0,5 e 10 ml

### **Padronização de Soluções**

#### **Solução Estoque de Fósforo – 500 mg/l**

- Pesar 2,193 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  P>A seco a 110°C por 2 horas
- Transferir para um bequer de 500 ml, adicionar 200 ml de água destilada, agitar com um bastão de vidro até completa dissolução.
- Transferir quantitativamente esta solução para balão de 1000 ml e completar o volume com água destilada.

#### **Solução Intermediária de Fósforo – 5 mg/l**

- Pipetar 5 ml da Solução Estoque (500 mg/l – P)
- Transferir para balão volumétrico de 500 ml e diluir até a marca com água destilada.

#### **Solução de Molibdato de Amônia 2,5%**

- Dissolver 50 g de Molibdato de Amônia em 350 ml de água destilada. durante 2 horas.
- Diluir, cuidadosamente, 560 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado P.A em 800 ml de água destilada. Esfriar até temperatura ambiente.
- Adicionar a solução de Ácido Sulfúrico na Solução de Molibdato de Amônia e completar o volume para 2000 ml.

#### **Solução de Cloreto Estanoso ( $\text{SnCl}_2$ ) 2,5%**

- Dissolver 2,5 g de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  P.A, em 100 ml de Glicerina P.A, aquecer em banho-maria agitando com um bastão de vidro até completa dissolução do sal.

### Curva de Calibração

- Transferir com pipeta volumétrica as alíquotas da tabela abaixo para um tubo de nessler de 50 ml da Solução de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  de concentração 5 mg/l.
- Adicionar 4ml da solução de Molibdato de Amônia - 2,5%
- Adicionar 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5%
- Homogeneizar a Solução do tubo de Nessler por sucessivas inversões.
- Esperar 15 minutos e proceder a leitura em 690 nm.
- Efetuar uma prova em branco.

Concentração (mg/l)	Alíquota da Solução Intermediária (ml)	Volume Final (ml)
0,00	0,0	50
0,05	0,5	50
0,10	1,0	50
0,20	2,0	50
0,30	3,0	50
0,40	4,0	50
0,50	5,0	50
0,70	7,0	50
1,00	10,0	50

Tabela 1: Alíquota para preparação de Curva de Calibração do Método de Ortofosfato.

### Procedimento Analítico

- Com o auxílio das pipetas volumétricas, transferir um volume de 50 ml, ou outro volume diluído a 50 ml da amostra, para os tubos de Nessler de 50 ml.
- Elevar o volume de todas as amostras a 50 ml com água destilada.
- Adicionar a cada amostra 4,0 ml de Molibdato de Amônia – 2,5%, 4 gotas de Cloreto Estanoso – 2,5% e aguardar 15 minutos para o desenvolvimento da cor.
- Ler a absorvância e calcular a concentração de ortofosfato na amostra conforme dados da Curva de Calibração.

**Orto RZA (Rio)****Cálculos**

$$\text{Concentração (mg/l)} = \frac{\text{abs} - b}{a}$$

Onde: a = coeficiente angular da reta

b = coeficiente linear da reta

abs = absorvância

## **Oxigênio Consumido**

### **Método Permanganato de Potássio (KMnO<sub>4</sub>)**

#### Equipamento e Material:

- Bureta de 25 ml
- Erlenmeyer de 250 ml
- Pérolas de Vidro
- Chapa de Aquecimento
- Pipeta volumétrica de 50 ml
- Pipetas volumétricas de 10 ml

#### Soluções

##### **Solução de Permanganato de Potássio (KMnO<sub>4</sub>) – 0,125 N**

- Dissolver 3,9510 g de KMnO<sub>4</sub> P.A. seco a 105°C por 2 horas, em água destilada previamente fervida e fria (temperatura ambiente).
- Completar o volume para 1000 ml em balão volumétrico.
- Após 24 horas, filtrar a solução em algodão de vidro e padronizar com uma Solução de Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0,125 N.
- Guardar esta solução em frasco âmbar ao abrigo da luz.

##### **Solução de Permanganato de Potássio (KMnO<sub>4</sub>) – 0,0125 N**

- Transferir 100 ml da Solução de KMnO<sub>4</sub> 0,125 N para balão volumétrico de 1000 ml, completando o volume com água destilada.
- Guardar esta solução em frasco âmbar ao abrigo da luz.

##### **Solução de Oxalato de Sódio (Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) – 0,0125 N**

- Pesar exatamente 1,6 g de Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, previamente seco em estufa a 105-110°C durante 2 horas.
- Dissolver em água quente, esfriar e diluir para 2000 ml em balão volumétrico.
- Guardar esta Solução em frasco de Polietileno.

##### **Solução de Ácido Sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) – 25%**

- Medir, com o auxílio de uma proveta, 250 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

- Dissolver o ácido em 1000 ml de água destilada.

### **Padronização da Solução de Permanganato de Potássio – 0,0125 N**

- Pipetar 50 ml de água destilada e transferir para um erlenmeyer de 250 ml.
- Adicionar 10 ml de Ácido Sulfúrico 25%, 10 ml de Oxalato de Sódio 0,0125 N e algumas pérolas de vidro.
- Aquecer a mistura na Chapa de Aquecimento, sem deixar que a mesma entre em ebulição, e titular com a Solução de Permanganato de Potássio 0,0125 N.
- O ponto final é detectado com o aparecimento de uma coloração rósea pálida que permaneça no mínimo 30 segundos.

### **Procedimento Analítico**

- Transferir com o auxílio de uma pipeta volumétrica, 50 ml da amostra para um erlenmeyer de 250 ml.
- Adicionar ao erlenmeyer 10 ml de  $\text{KMnO}_4$  0,0125 N, 10 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  25% e algumas pérolas de vidro.
- Colocar o erlenmeyer na chapa previamente aquecida e deixar o sistema em ebulição por 15 minutos.
- Transcorrido o tempo previsto, adicionar 10 ml de Oxalato de Sódio 0,0125 N e titular a amostra ainda quente com  $\text{KMnO}_4$  até a coloração rósea pálida, permanece por 30 segundos.
- Anotar o volume gasto de  $\text{KMnO}_4$  ( $V_1$ ).

OBS.: Fazer uma prova em branco repetindo a metodologia anterior, substituindo o volume de amostra por água destilada ( $V_B$ ).

### **Cálculos**

$$\text{Oxigênio Consumido (mg/l de O}_2\text{)} = \frac{N \times V \times 8000}{V_{am}}$$

Onde: N = Normalidade do  $\text{KMnO}_4$  = 0,0128 N

$V_1$  = Volume gasto de  $\text{KMnO}_4$  na titulação da amostra.

$V_B$  = Volume gasto de  $\text{KMnO}_4$  na titulação do branco.

$V_{am}$  = Volume da amostra ( $V = V_1 - V_B$ )



## **6 – PLANO DE AVALIAÇÃO PERIÓDICA DOS ESPAÇOS**

A verificação do ambiente físico do laboratório é realizada diariamente pelo técnico responsável a fim de identificar qualquer tipo de avaria na infraestrutura do mesmo. Se algum problema for detectado o técnico deverá abrir uma solicitação via Sistema SISPREL para que uma equipe de manutenção seja encaminhada ao local para providenciar os reparos necessários.

## **7 – PLANO DE MANUTENÇÃO E GUARDA PATRIMONIAL**

O técnico responsável executa as verificações semanais dos equipamentos e realiza as calibrações internas de acordo com a necessidade de cada equipamento. Normalmente estas calibrações internas são feitas no início e no final do semestre; já para equipamentos de campo a calibração é realizada antes da sua retirada e no seu retorno ao laboratório para que os mesmos fiquem operantes para o trabalho e para as aulas.

Algumas vidrarias e equipamentos são necessários a calibração externa; neste caso a manutenção é realizada uma vez por ano por empresas especializadas.

## **8 – PLANO DE ATUALIZAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS**

A atualização dos equipamentos é realizada sempre no final do ano pelo técnico do laboratório. Uma revisão é feita na listagem de equipamentos, juntamente com uma verificação dos patrimônios. Sendo realizada uma adição ou retirada dos equipamentos conforme a necessidade.

## **9 – AGENDAMENTO PARA AULAS PRÁTICAS**

Os professores precisam solicitar a reserva do laboratório para o técnico do laboratório.

O técnico precisa solicitar por e-mail: [reservasala@ucb.br](mailto:reservasala@ucb.br) a reserva e depois controlar via sistema VBI.

## **10 - CONDUTAS A SEREM ADOTADAS EM CASOS DE ACIDENTES**

É fundamental informar a Brigada de Incêndio, ao Serviço Especializado de Segurança e Medicina do Trabalho (SESMT), a Coordenação do EAP's e aos Responsáveis pelo laboratório a ocorrência de qualquer acidente no laboratório.

Em caso de acidentes com ácido: lavar as partes afetadas com bastante água. Se os olhos forem atingidos, lavá-los com bastante água e pingar gotas de uma solução diluída de ácido bórico a 2%.

Em caso de acidentes com acetona P.A.: em caso de respingo nos olhos, lave-os com água em abundância durante vários minutos, vítimas de inalação de vapores devem ser retiradas para ambientes arejados.

Choques elétricos: interromper a descarga, com desligamento da chave imediatamente.

### ***10.1 Contatos de emergência***

- Brigada de Incêndio – 3356-9439
- Serviço Especializado de Segurança e Medicina do Trabalho (SESMT) – 3356-9100 / 3356-9287
- Coordenação dos EAPs – 3356-9050 /
- Bombeiro/Defesa Civil - 193/199
- Laboratório Central Analítica – 3356-9322

## **7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- Manuais dos equipamentos.
- APHA; AWWA; WEF, “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”. American Public Health Association, 20th ed., Washington, 1995.