



NORMA TÉCNICA

L5.143

Jan/1993
4 PÁGINAS

Determinação de oxigênio consumido em águas - método do permanganato de potássio: método de ensaio

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

<http://www.cetesb.sp.gov.br>

CETESB	ÁGUA- DETERMINAÇÃO DE OXIGÊNIO CONSUMIDO MÉTODO DO PERMANGANATO DE POTÁSSIO	L5.143
	Método de ensaio	JAN/93

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documento complementar
- 3 Definições
- 4 Aparelhagem
- 5 Execução do ensaio
- 6 Resultados

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de oxigênio consumido em amostras de águas naturais e de abastecimento.

1.2 Este método se aplica para a determinação de oxigênio consumido de quaisquer valores a partir de 1 mg/L.

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

CETESB - Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água.

3 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma é adotada a seguinte definição:

Oxigênio consumido

Quantidade de oxigênio necessária para oxidar a matéria orgânica da amostra nas condições do texto.

4 APARELHAGEM

4.1 Balão de ebulição, de vidro borossilicato, 250 mL.

4.2 Buretas, classe A, capacidade 50 mL.

4.3 Termômetro até 100°C, precisão $\pm 1^\circ\text{C}$.

4.4 Banho-maria.

4.5 Pipetas volumétricas de diversos volumes.

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípio do método

A amostra é digerida com excesso de permanganato de potássio, em meio ácido, a 80 °C durante 30 minutos. O excesso de permanganato é reagido com um volume de oxalato de sódio equivalente ao volume de permanganato, e o excesso de oxalato é titulado com permanganato.

5.2 Interferentes

5.2.1 Traços de matéria orgânica da vidraria interferem; por isso toda a vidraria deve ser lavada com mistura sulfocrômica e enxaguada com água destilada e desionizada.

5.2.2 Traços de matéria orgânica da água destilada e desionizada interferem, e a interferência é eliminada efetuando-se uma prova em branco.

5.2.3 O método deixa de oxidar matéria orgânica nitrogenada, oxidando apenas matéria orgânica carbonada.

5.2.4 Substâncias inorgânicas oxidantes e redutoras, tais como Fe²⁺, amônia e nitrato interferem.

5.2.5 Cloretos interferem, e para concentrações de cloretos superiores a 1000 mg/L o método não se aplica.

5.2.6 O método não se aplica para amostras de águas sulfurosas.

5.3 Reagentes

Todos os reagentes devem ser p.a.-A.C.S.

5.3.1 Ácido sulfúrico 1:3:

- Adicionar, lentamente e com agitação, 250 mL de H₂SO₄, concentrado, a 750 mL de água destilada e desionizada.

5.3.2 Solução-padrão de oxalato de sódio, 0,0125N:

- Dissolver 1,6 g Na₂C₂O₄ seco em estufa a 105 °C durante pelo menos 1 hora, em água destilada e desionizada e diluir a 2000 mL com água destilada e desionizada.

5.3.3 Solução-estoque de permanganato de potássio 0,1250N:

- Dissolver 3,9510 g KMnO₄, em água destilada e desionizada e diluir a 1000 mL. Deixar em repouso por 7 dias em frasco âmbar, filtrar por filtro de vidro sinterizado, e completar a 1000 mL novamente.

Nota: Guardar em frasco âmbar.

Alternativa: dissolver o sal em água destilada e desionizada, diluir a 1000 mL, ferver por cerca de 10 minutos, filtrar, quando frio, por filtro de vidro sinterizado, e completar a 1000 mL novamente.

Nota: Guardar em frasco âmbar.

5.3.4 Solução de permanganato de potássio 0,0125N, padronizada:
- Diluir 100 mL da solução-estoque (5.3.3) a 1000 mL com água destilada e desionizada.

Padronização:

Adicionar 100 mL de água destilada e desionizada em um balão de ebulição.

Adicionar 5 mL de solução de ácido sulfúrico 1:3 (5.3.1) e 1 mL de solução de permanganato de potássio 0,0125N (5.3.4). Deixar a mistura em banho-maria até atingir 80°C, e durante mais 30 minutos a 80°C.

Acrescentar em seguida 1 mL de solução de oxalato de sódio 0,0125N (5.3.2), e deixar em banho-maria por mais 2 ou 3 minutos.

Titular com solução de permanganato de potássio 0,0125N (5.3.4) até coloração rósea. Adicionar solução de oxalato de sódio 0,0125N (5.3.2) até a mistura tornar-se incolor (em geral 1 ou 2 gotas).

Em seguida, adicionar 10 mL de solução de oxalato de sódio (5.3.2), deixar 2 ou 3 minutos em banho-maria a 80°C, e titular com solução de permanganato de potássio 0,0125N (5.3.4).

Nota: Guardar em frasco âmbar.

5.4 Coleta de amostras

As amostras para determinação de oxigênio consumido são coletadas conforme Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

5.5 Procedimento

5.5.1 Num balão de ebulição, adicionar 100 mL de amostra, 10 mL de solução de permanganato de potássio (5.3.4) e 5 mL de solução de ácido sulfúrico (5.3.1).

5.5.2 Aquecer a mistura em banho-maria até 80°C e, depois de atingida esta temperatura, mantê-la durante mais 30 minutos.

Nota: Se a mistura tornar-se de coloração rósea pálida, repetir, empregando 20 mL de solução de permanganato de potássio (5.3.4) ou empregando um volume menor de amostra, diluído a 100 mL.

5.5.3 Depois de exatamente 30 minutos em banho-maria, retirar do banho e adicionar 10 mL de solução de oxalato de sódio (5.3.2).

Nota: Se forem acrescentados 20 mL de solução de permanganato de potássio (5.3.2), adicionar 20 mL de oxalato de sódio (5.3.2).

5.5.4 Voltar ao banho-maria por mais 3 minutos.

5.5.5 Titular, enquanto quente, com solução de permanganato de potássio 0,0125N (5.3.2) até a primeira coloração rósea permanente.

5.5.6 Efetuar uma prova em branco, procedendo com 100 mL de água destilada e desionizada, conforme 5.5.1 a 5.5.5.

6 RESULTADOS

O oxigênio consumido é calculado pela fórmula:

$$OC = \frac{(V_{AM} - V_B) \times N \times 8000}{V}$$

onde:

OC = oxigênio consumido, em mg/L

V_{AM} = volume de $KMnO_4$ gasto para titular a amostra, em mL

V_B = volume de $KMnO_4$ gasto para titular a prova em branco, em mL

N = normalidade da solução de $KMnO_4$

V = volume de amostra, em mL