

USEPA¹ Método de digestão reator

Método 8000

0.7 a 40.0³ mg/L DQO (ULR); 3 a 150 mg/L DQO (LR); 20 a 1500 mg/L DQO (HR); 200 a 15,000 mg/L DQO (HR Plus)

Escopo e aplicação: Para água, água residual; a digestão é necessária.

¹ Faixas 3 a 150 mg/L DQO e 20 a 1500 mg/L DQO são aprovados pela USEPA para análise de águas residuais (Standard Method 5220 D), Federal Register, April 21, 1980, 45(78), 26811-26812.

² Jirka, A.M.; Carter, M.J., Analytical Chemistry, 1975, 47(8), 1397.

³ A ULR está disponível apenas em espectrofotômetros que podem medir no comprimento de onda de 350 nm.



Preparação do teste

Informação específica do instrumento

[Tabela 1](#) mostra todos os instrumentos que têm o programa para esse teste. A tabela também mostra especificações de adaptadores e cortina de luz para instrumentos que os utilizam.

Para usar a tabela, selecione um instrumento, então leia ao lado para encontrar a informação de aplicação para esse teste.

Tabela 1 Informação específica de instrumento para tubos de teste

Instrumento	Adaptadores	Cortina de luz
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D ¹)	—
DR 900	4846400	Tampa fornecida com o instrumento

¹ O adaptador D não está disponível em todas as versões do instrumento.

Antes de iniciar

Instale a tampa do instrumento no compartimento de célula do DR900 antes de pressionar ZERO ou LER.

DR 3900, DR 3800, DR 2800 e DR 2700: Instale a cortina de luz no compartimento de célula #2 antes de iniciar o teste.

O reagente que é usado nesse teste é corrosivo e tóxico. Utilize proteção para os olhos e pele e esteja preparado para lavar qualquer derramamento com água corrente.

Os reagentes que são utilizados nesse teste contêm mercúrio. Armazene as amostras reagidas para descarte apropriado.

Revise as fichas de dados de segurança (MSDS/SDS) para os reagentes usados. Utilize os equipamentos de proteção individuais recomendados.

Faça um branco para cada conjunto de amostras. Faça todos os testes (as amostras e o branco) com o mesmo lote de frascos. O número do lote está no rótulo. Verifique [Branco para determinação colorimétrica](#) na página 4.

Armazene frascos não utilizados (fotossensíveis) em recipiente fechado.

Se as amostras contêm altas concentrações de cloreto, verifique a seção de reagentes alternativos.

Armazene as soluções utilizadas de acordo com as regulamentações locais, estaduais e federais. Verifique a ficha de dados de segurança para armazenamento de reagentes não utilizados. Verifique dados ambientais, de saúde e de segurança para sua facilidade e/ou agências regulatórias locais para obter mais informações.

Itens a utilizar

Descrição	Quantidade
Béquer, 250-mL	1
Liquidificador	1
Tubos de reagente de digestão DQO	Variável
Reator DRB200	1
Cortina de luz ou adaptador (Para informação sobre células de amostra, adaptadores ou cortinas de luz, verifique a Informação específica do instrumento na página 1).	1
Agitador magnético e barra de agitação	1
Recipiente opaco para armazenamento de frascos de reagentes não utilizados fotossensíveis.	Variável
Pipeta, TenSette, 0.1- a 1.0-mL, com ponteiros (para uso na faixa 200–15,000 mg/L)	1
Pipeta, volumétrica, 2.00-mL	2
Pêra de sucção	1
Suporte para tubos de teste	2

Verifique [Consumíveis e itens de reposição](#) na página 7 para obter informações.

Coleta de amostra e armazenamento

- Colete amostras em frascos limpos de vidro. Utilize garrafas plásticas apenas se forem conhecida livre de contaminação orgânica.
- Analise amostras com atividade biológica o mais breve possível.
- Homogeneíze amostras que contêm sólidos para obter amostras representativas.
- Para preservar amostras para análises futuras, ajuste o pH para menor que 2 com ácido sulfúrico concentrado (aproximadamente 2 mL por litro). Nenhuma acidificação é necessária, se a amostra for testada imediatamente.
- Mantenha as amostras preservadas de 2-6 °C (36-43 °F) por no máximo 28 dias.
- Corrija os resultados de teste para diluição devido às adições de volume.

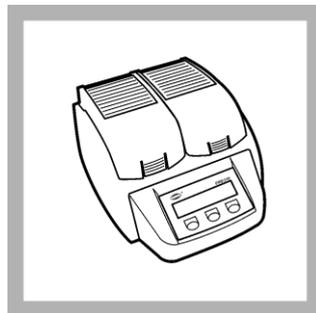
Procedimento digestão reator



1. Coloque 100 mL da amostra no liquidificador. Bata por 30 segundos ou até homogeneizar. Para amostras com grandes quantidades de sólidos, aumente o tempo de homogeneização. Se a amostra não contém sólidos suspensos, vá para o passo 3.



2. Para faixa 200–15,000 mg/L ou para melhorar a precisão e reprodutibilidade de outras faixas, coloque a amostra homogeneizada em um béquer de 250 mL e gentilmente agite com um agitador magnético.



3. Ligue o reator DRB200. Pré-aqueça a 150°C. Verifique o manual do usuário do DRB200 para selecionar as aplicações pré-programadas de temperatura.

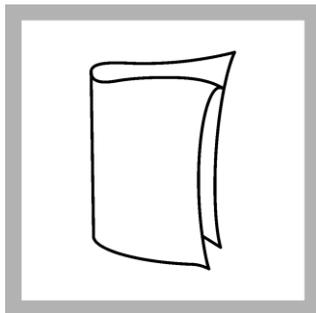


4. **Prepare a amostra:** Remova a tampa do frasco da faixa selecionada. Mantenha o frasco em um ângulo de 45°. Use uma pipeta limpa para adicionar 2.00 mL de amostra ao frasco. Para frascos de 250-15000 mg/L: use pipeta TenSette para adicionar 0,20 mL de amostra.

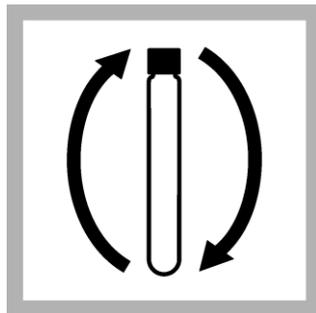


5. Prepare o branco:

Remova a tampa do Segundo frasco para a faixa selecionada. Mantenha o frasco em um ângulo de 45°. Use uma pipeta limpa para adicionar 2.00 mL de água deionizada ao frasco. Para frascos de 250-15000 mg/L: use pipeta TenSette para adicionar 0,20 mL de água deionizada.

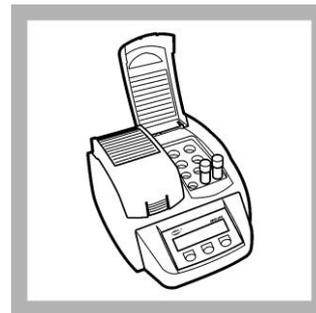


6. Feche os frascos fortemente. Lave os frascos com água deionizada e seque com uma toalha de papel limpa.



7. Segure os frascos pela tampa, sobre uma pia. Inverta cuidadosamente algumas vezes para misturar.

Os frascos ficam bastante quentes durante a agitação.



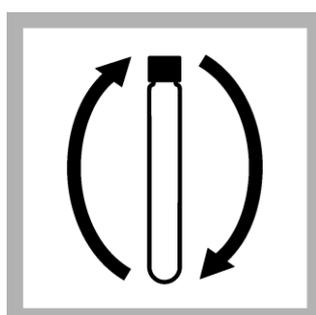
8. Coloque os frascos do reator DRB200 pré-aquecido. Feche a tampa.



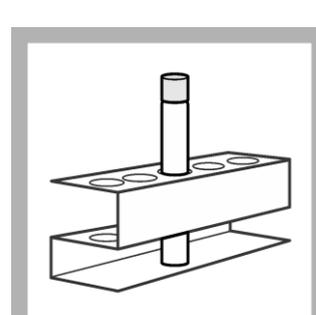
9. Aqueça os frascos por 2 horas.



10. Desligue o reator. Deixe os frascos esfriarem no reator por aproximadamente 20 minutos até 120°C ou menos.

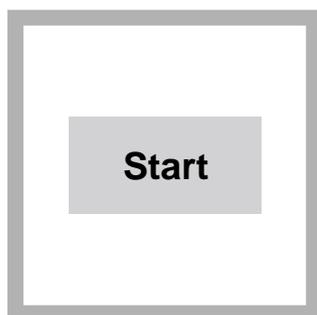


11. Inverta cada frasco várias vezes enquanto ainda estiverem aquecidos.



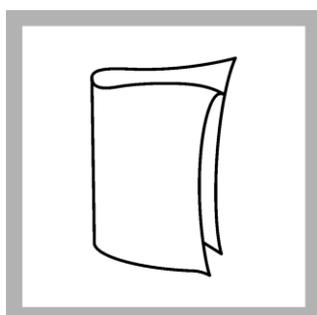
12. Coloque os frascos no suporte para resfriarem até a temperatura ambiente.

Procedimento colorimétrico

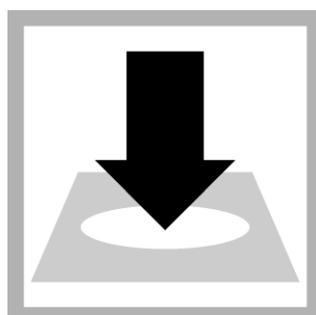


1. Inicie o programa **431 DQO ULR**, **430 DQO LR** ou **435 DQO HR**. Para informação sobre células de amostras, adaptadores ou cortinas de luz, verifique a [Informação específica do instrumento](#) na página 1

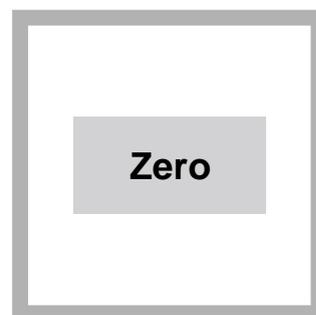
Nota: Apesar do nome do programa poder ser diferente nos equipamentos, o número do programa não se altera.



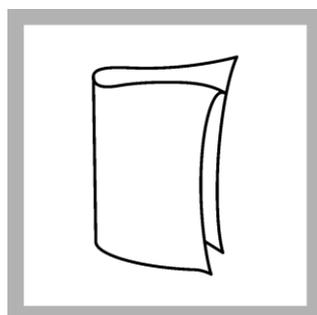
2. Limpe o frasco do branco.



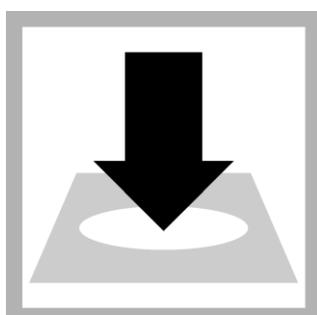
3. Insira o branco no compartimento de célula.



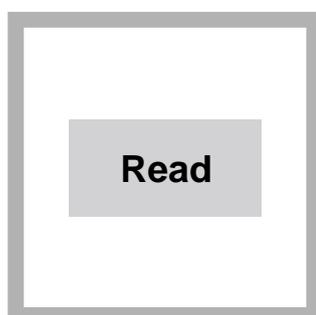
4. Pressione **ZERO**. O display mostra 0 ou 0.0 mg/L DQO.



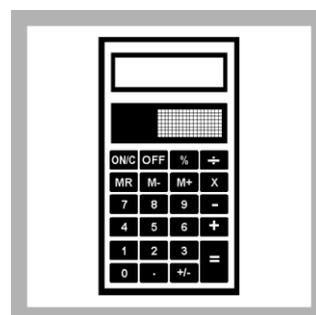
5. Limpe o frasco da amostra preparada.



6. Insira o frasco de amostra no compartimento de célula.



7. Pressione **Ler**. Resultados são mostrados em mg/L DQO.



8. Se estiver utilizando frascos de digestão de DQO High Range Plus, multiplique o resultado por 10. Para resultados mais precisos de 1500 ou 15,000 mg/L DQO, repita a análise com a amostra diluída.

Branco para determinação colorimétrica

O frasco do branco pode ser utilizado seguidamente para amostras que usam o mesmo lote de reagentes. Meça a absorbância do frasco do branco ao longo do tempo e prepare um novo branco quando a absorbância mudar.

1. Coloque o instrumento no modo de absorbância no comprimento de onda aplicável. Verifique a [Tabela 3](#) na página 7.
2. Adicione 5 mL de água deionizada em um frasco vazio.
3. Coloque o frasco no instrumento e zere.
4. Coloque o frasco do branco utilizado no procedimento de teste e anote o valor da absorbância.
5. Mantenha o frasco do branco no escuro.
6. Prepare um novo branco quando a absorbância mudar aproximadamente 0,01 unidades.

Interferentes

Cloreto é a interferência primária no procedimento de teste. Cada frasco de DQO tem sulfato de mercúrio que remove a interferência do cloreto ao nível especificado na Coluna 1 da [Tabela 2](#). Dilua amostras que têm concentrações superiores aos da Coluna 2.

Nota: Para melhores resultados, use frascos faixa baixa e faixa ultra baixa para amostras que têm alta concentração de cloreto (próximo à concentração máxima) a baixas concentrações de DQO.

Se a diluição da amostra fizer com que a concentração de DQO seja baixa para medidas precisas, adicione 0,50 g de sulfato de mercúrio (HgSO_4) em cada frasco antes da amostra ser adicionada. Essa adição vai elevar a concentração máxima de cloreto para os níveis dados na Coluna 3.

Nota: Interferência de brometo não é removida com sulfato de mercúrio.

Tabela 2 Limites de concentração de cloreto na amostra

Faixa do frasco	Coluna 1 (máximo mg/L Cl^-)	Coluna 2 (mg/L Cl^- para amostras diluídas)	Coluna 3 (mg/L Cl^- máximo com HgSO_4)
ULR ¹ (0.7–40.0 mg/L)	2000	1000	N/A
LR (3–150 mg/L)	2000	1000	8000
HR (20–1500 mg/L)	2000	1000	4000
HR Plus (200–15,000 mg/L)	20,000	10,000	40,000

¹ A ULR está somente disponível para espectrofotômetros que podem medir no comprimento de onda 350 nm.

Checagem de precisão

Método da solução padrão

Itens a utilizar:

- 1000 mg/L solução padrão DQO
- 100-mL proveta, Classe A
- Pipeta volumétrica, Classe A e pêra de sucção.
- Água deionizada
- Hidrogeno ftalato de potássio (KHP), seco durante a noite a 120 °C (HR Plus apenas)

0.7 a 40.0 mg/L ULR

1. Prepare uma solução padrão DQO 30-mg/L como a seguir:
 - a. Use uma pipeta para adicionar 3,00 mL de solução padrão 1000 mg/L em uma proveta de 100 mL.
 - b. Dilua até a marca com água deionizada. Misture bem.
2. Use o procedimento de teste para medir a concentração da solução padrão.
3. Compare o valor esperado com o valor obtido.

Nota: A calibração de fábrica pode ser ajustada levemente com a opção de ajuste padrão de modo que o instrumento mostre o valor esperado da solução padrão. O ajuste de calibração é então usado para todos resultados de teste. Esse ajuste pode aumentar a precisão do teste quando houver pequenas variações nos reagentes ou instrumentos.

3 a 150 mg/L LR

1. Prepare uma solução padrão 100-mg/L DQO como a seguir:
 - a. Use uma pipeta para adicionar 10 mL da solução padrão 1000 mg/L em uma proveta de 100 mL.
 - b. Dilua até a marca com água deionizada. Misture bem.
2. Use o procedimento de teste para medir a concentração da solução padrão.
3. Compare o valor esperado com o valor obtido.

Nota: A calibração de fábrica pode ser ajustada levemente com a opção de ajuste padrão de modo que o instrumento mostre o valor esperado da solução padrão. O ajuste de calibração é então usado para todos resultados de teste. Esse ajuste pode aumentar a precisão do teste quando houver pequenas variações nos reagentes ou instrumentos.

20 a 1500 mg/L HR

1. Use o procedimento de teste com soluções padrão DQO 300-mg/L, 800 mg/L ou 1000 mg/L para medir a concentração da solução padrão
2. Compare o valor esperado com o valor obtido.

Nota: A calibração de fábrica pode ser ajustada levemente com a opção de ajuste padrão de modo que o instrumento mostre o valor esperado da solução padrão. O ajuste de calibração é então usado para todos resultados de teste. Esse ajuste pode aumentar a precisão do teste quando houver pequenas variações nos reagentes ou instrumentos.

200 a 15,000 mg/L HR Plus

1. Prepare uma solução padrão DQO 10,000 mg/L como a seguir:
 - a. Dissolva KHP 8.500 g em 1000-mL de água deionizada livre de orgânicos.
2. Use o teste de procedimento para medir a concentração da solução padrão.
3. Compare o valor esperado com o valor obtido.

Nota: A calibração de fábrica pode ser ajustada levemente com a opção de ajuste padrão de modo que o instrumento mostre o valor esperado da solução padrão. O ajuste de calibração é então usado para todos resultados de teste. Esse ajuste pode aumentar a precisão do teste quando houver pequenas variações nos reagentes ou instrumentos.

Reagentes alternativos

Reagentes livre de mercúrio COD2 são classificados como alternativas livre de mercúrio. Esses reagentes são completamente compatíveis com os testes de procedimentos e programas armazenados nos instrumentos. Determinação de cloreto e amônia são recomendadas para resultados precisos.

AVISO

Reagentes COD2 não são aprovados para relatórios com propósitos USEPA. Porque COD2 não contém mercúrio como agente mascarante, eles exibem interferência positiva para cloreto. Maiores informações estão disponíveis para uso com aplicações específicas.

Performance do método

Os dados da performance do método que seguem foram obtidos em testes de laboratório que foram medidos em um espectrofotômetro sob condições ideais. Usuários podem obter resultados diferentes sob condições de testes diferentes.

Programa	Padrão	Precisão (95% Intervalo de confiança)	Sensibilidade Mudança de concentração por mudança 0,010 Abs
431 (ULR)	30 mg/L DQO	28.8–31.2 mg/L DQO	0.5 mg/L DQO
430 (LR)	80 mg/L DQO	77–83 mg/L DQO	3 mg/L DQO
435 (HR)	800 mg/L DQO	785–815 mg/L DQO	23 mg/L DQO
435 (HR Plus)	8000 mg/L DQO	7850–8150 mg/L DQO	230 mg/L DQO

Sumário do método

Os resultados em mg/L DQO são definidos como miligramas de O₂ consumidos por litro de amostra sob condições desse procedimento. A amostra é aquecida por 2 horas com ácido sulfúrico e com um forte agente oxidante, dicromato de potássio. Compostos orgânicos oxidáveis reagem, reduzindo o íon dicromato (Cr₂O₇²⁻) para íon crômico (Cr³⁺).

Quando o método colorimétrico 0.7–40.0 ou 3–150 mg/L é usado, a quantidade de Cr⁶⁺ que permanece é medido. Quando o método colorimétrico 20–1500 mg/L ou 200–15,000 mg/L é usado, a quantidade de Cr³⁺ que é produzida é medida. O reagente DQO também contém íons prata e mercúrio. Prata é um catalizador, e mercúrio é usado para complexar interferências de cloreto.

Resultados de testes são medidos nos comprimentos de onda que são especificados na [Tabela 3](#).

Tabela 3 Comprimentos de onda de faixa específica de teste

Faixa em DQO mg/L	Comprimento de onda
0.7–40.0 mg/L	350 nm (para instrumentos aplicáveis)
3–150 mg/L	420 nm
20–1500	620 nm (610 nm para colorímetros)
200–15,000 mg/L	620 nm (610 nm para colorímetros)

Prevenção de poluição e manejo de resíduos

Amostras reagidas contêm mercúrio, prata e crômio e devem ser descartadas como resíduos perigosos. Descarte as soluções reagidas de acordo com as regulamentações locais, estaduais e federais. Usuários nos EUA podem usar o serviço de reciclagem ez DQO para descarte de frascos. Verifique [Consumíveis e itens de reposição](#) na página 7.

Consumíveis e itens de reposição

Reagentes necessários

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	Item no.
DQO, Faixa Ultra Baixa, 0.7–40 mg/L	1–2 frascos	25/pacote	2415825
DQO, Faixa Baixa, 3–150 mg/L	1–2 frascos	25/ pacote	2125825
DQO, Faixa Alta, 20–1500 mg/L	1–2 frascos	25/ pacote	2125925
DQO, Faixa Alta Plus, 200–15,000 mg/L	1–2 frascos	25/ pacote	2415925
Água, deionizada	variável	4 L	27256

Reagentes alternativos e tamanho dos pacotes

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	Item no.
DQO2, Faixa Baixa, 0–150 mg/L COD	1–2 frascos	25/ pacote	2565025
DQO2, Faixa Alta, 0–1500 mg/L COD	1–2 frascos	25/ pacote	2565125
DQO2, Faixa Alta, 0–1500 mg/L COD	1–2 frascos	150/ pacote	2565115
DQO2, Faixa Alta Plus, 0–15,000 mg/L COD	1–2 frascos	25/ pacote	2834325
DQO Frascos de Digestão, 3–150 mg/L COD	1–2 frascos	150/ pacote	2125815
DQO Frascos de Digestão, 200–1500 mg/L COD	1–2 frascos	150/ pacote	2125915
DQO Frascos de Digestão, ULR 0.7–40.0 mg/L	1–2 frascos	150/ pacote	2415815
DQO Frascos de Digestão, HR plus, 200–25,000 mg/L	1–2 frascos	150/ pacote	2415915

Aparatos necessários

Descrição	Quantidade/teste	Unidade	Item no.
Liquidificador, velocidade 2, opção 120 VAC	1	Unidade	2616100
ou			
Liquidificador, velocidade 2, opção 240 VAC	1	Unidade	2616102
Reator DRB 200, opção 110 VAC, orifícios 15 x 16-mm	1	Unidade	LTV082.53.40001
ou			
DRB 200 Reactor, opção 220 VAC, orifícios 15 x 16-mm	1	Unidade	LTV082.52.40001
Pêra de segurança	1	Unidade	1465100
Pipeta volumétrica, Classe A, 2.00-mL	1	Unidade	1451536

Recommended standards and apparatus

Description	Unidade	Item no.
Béquer, 250-mL	Unidade	50046H
Solução Padrão DQO, 300-mg/L	200 mL	1218629
Solução Padrão DQO, 300-mg/L	500mL	1218649
Solução Padrão DQO, 800-mg/L	200 mL	2672629
Solução Padrão DQO, 1000-mg/L	200 mL	2253929
Padrão Demanda de Oxigênio (BOD, COD, TOC), 10-mL ampolas	16/ pacote	2833510
Pipeta, TenSette®, 0.1–1.0 mL	Unidade	1970001
Ponteiras para pipeta TenSette®, 0.1–1.0 mL	50/ pacote	2185696
Ponteiras para pipeta TenSette®, 0.1–1.0 mL	1000/ pacote	2185628
Hidrogeno ftalato de potássio (KHP), ACS	500 g	31534
Barra de agitação, octogonal	Unidade	2095352
Agitador, electromagnético, 120 VAC, com suporte de eletrodo	Unidade	4530001
Agitador, electromagnético, 230 VAC, com suporte de eletrodo	Unidade	4530002
Suporte de tubos de teste, aço inoxidável	Unidade	1864100
lenços, descartáveis	70/ pacote	2096900

Reagentes e aparatos opcionais

Descrição	Unidade	Item no.
Balança, analítica, 80 g x 0.1 mg 100–240 VAC	Unidade	2936701
Proveta, volumétrica, Classe A, 1000-mL vidro	Unidade	1457453
Proveta, volumétrica, Classe A, 100-mL vidro	Unidade	1457442
Sulfato de mercúrio	28 g	191520
Pipeta, volumétrica, Classe A, 3-mL	Unidade	1451503
Pipeta, volumétrica, Classe A, 10-mL	Unidade	1451538
Ácido sulfúrico, ACS	500 mL	97949
Solução padrão águas residuais, parâmetro misto, para NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , COT	500 mL	2833149

Reagentes opcionais e aparatos (continuação)

Descrição	Unidade	Item no.
EZ DQO™ Serviço de reciclagem com balde 5-gal (Para clientes dos EUA apenas. Galões tamanho 20 e 55 também estão disponíveis.)	Unidade	2895405
EZ DQO™ Serviço de reciclagem com balde 5-gal (Para clientes dos EUA apenas. Galões tamanho 20 e 55 também estão disponíveis.)	Unidade	2895405P
Dedeira	2/pacote	1464702
Luvas, resistência química, tamanho 9–9.5	par	2410104 ¹
Papel, para pesagem, 100 x 100 mm	500/ pacote	1473885
Óculos de segurança	Unidade	2550700
Solução padrão águas residuais, parâmetro misto, para NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ ³⁻ , COD, SO ₄ ²⁻ , TOC	500 mL	2833249

¹ Outros tamanhos disponíveis



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free **800-227-4224**

Outside the U.S.A. – Contact the **HACH office or distributor serving you.**

On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY

WORLD HEADQUARTERS

Telephone: (970) 669-3050

FAX: (970) 669-2932