

Comparação entre as metodologias de determinação de DQO descritas no *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

Érica A. C. Mendez¹ (FM), Daniele M. Bila² (PQ), Gandhi Giordano² (PQ), Filipe Soares² (IC), Wendel Henrique² (IC)

¹ Instituto Nacional de Tecnologia – Av. Venezuela, 82, Saúde, Rio de Janeiro.

² Universidade do Estado do Rio de Janeiro -

erica.andrade@int.gov.br

Palavras Chave: DQO, validação, incerteza de medição, confiabilidade metrológica.

Introdução

A Demanda Química de Oxigênio (DQO) é um indicador global de matéria orgânica em águas residuárias e superficiais e é amplamente utilizado no monitoramento de estações de tratamento de efluentes líquidos¹. As metodologias mais utilizadas na determinação da DQO são as descritas no *Standard Methods 5220*². O princípio dos métodos descritos do *Standard Methods* é a redução do dicromato de potássio, em meio ácido, pela matéria orgânica a íons Cr⁺³, porém a diferença entre eles está na quantificação do íon Cr⁺³.

O objetivo desse trabalho é comparar desempenho analítico, através dos parâmetros de validação e o cálculo da incerteza de medição em diversos níveis, do método titulométrico por refluxo aberto e o método colorimétrico por refluxo fechado.

Resultados e Discussão

Os resultados são apresentados na Tabela 1:

Tabela 1. Comparação entre os métodos colorimétricos e titulométrico.

Parâmetros de Validação	Método titulométrico (SM 5220 B)	Método Colorimétrico (SM 5220 D)	
		Conc. < 50 mg/L de O ₂	Conc. > 50 mg/L de O ₂
LQ* (mg/L de O ₂)	50	30	100
r ²	-	0,8647	0,9975
Coef. Linear	-	1,466 x 10 ⁻²	9,237 x 10 ⁻³
Precisão	Alta	Baixa	Alta
Exatidão	Não Exato	Exato	Exato

* Limite de Quantificação

O LQ foi determinado plotando um gráfico de concentração X coeficiente de variação, utilizando soluções de padrão rastreável com concentrações abaixo e acima do LQ. Os CV variaram de 78,5 a 4,29% para o método titulométrico e para o método colorimétrico os CV variaram de 103 a 1,42% e de 143 a 11,8%. para os métodos colorimétrico de conc. > e < 50 mg/L de O₂, respectivamente.

Antes de traçar a curva analítica, verificou-se que os dados são homocedásticos, desta foram traçadas as curvas analíticas com todas as absorvâncias medidas e não com a média das mesmas.

A análise dos r² mostra que o método colorimétrico para conc. > 50 mg/L de O₂ é mais linear que o método colorimétrico para conc. < 50 mg/L de O₂, sendo esta curva analítica a de melhor qualidade.

Avaliando os coeficientes lineares, observa-se que o valor para o método conc. > 50 mg/L de O₂ é maior que o método conc. < 50 mg/L de O₂, indicando que o primeiro método possui tendências.

A exatidão e a precisão foram analisadas a partir do Teste t e o Teste F, respectivamente e apresentaram uma exatidão maior que o método titulométrico. Já, em relação à precisão, não há uma diferença significativa entre os métodos titulométrico e colorimétrico em concentrações mais elevadas.

A incerteza de medição, apresentada na Tabela 2, permite caracterizar a qualidade do resultado de uma medição por meio de uma indicação quantitativa, fundamental para avaliar e assegurar a confiabilidade do resultado³.

Tabela 2. Comparação da incerteza expandida dos métodos colorimétricos e titulométrico.

Conc. (mg/L de O ₂)	10	20	30	40	50	75	100	250	500	1000	1500	2000
Método titulométrico	40	4	3	6	2	3	5	9	12	34	20	23
Método Colorimétrico	Conc. < 50 mg/L de O ₂	6,3	17	4	11	11	11	18	-	-	-	-
		Conc. > 50 mg/L de O ₂	-	-	-	-	-	64	63	69	62	67

Conclusões

Os métodos colorimétricos são mais exatos que o método titulométrico, porém esse fato não impede do laboratório utilizá-lo, devendo sempre atentar para o uso de materiais de referência certificados de modo a minimizar os erros.

Agradecimentos

LES/DESMA/UERJ e a Simone Chiapetta (INT/DQAN)

¹ AQUINO, S. F. SILVA, S. Q.; CHENICHARO, C. A. L. "Considerações práticas sobre o teste de demanda química de oxigênio (DQO) aplicado a análise de efluentes anaeróbios" – Nota Técnica – Engenharia Sanitária e Ambiental – ABES - Vol. 11 - Nº 4 - out/dez 2006, 295-304

² APHA, AWW, WEF. Standard methods for the examination of water and wastewater. 21th. Edition. American Public Health Association, Washington, DC., 2005.

³ ABNT/INMETRO - Guia para expressão da Incerteza de Medição, 3ª edição brasileira em língua portuguesa – Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, 2003; 120 p