

REFLUXO EM FUNIL – UM DISPOSITIVO PARA AGILIZAÇÃO DO PROCESSO DE ROTINA ANALÍTICA PARA A DETERMINAÇÃO DA DQO (DEMANDA QUÍMICA DE OXIGÊNIO)

Júlio C. Rocha, Roberto S. Barbiéri, Arnaldo A. Cardoso

Departamento de Química Analítica – Instituto de Química – UNESP – 14.800 – Araraquara – SP.

Celso A. F. Graner

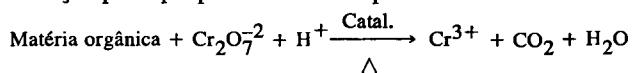
Departamento de Química – Instituto de Biociências – UNESP – 18.600 – Botucatu – SP

Recebido em 03/10/89

The use of test-tube shaped glass flasks is proposed for COD determination. These flasks are stoppered with a special type of funnel and placed in an aluminium digester block, instead of the conventional reflux system. With the block temperature adjusted between 110 and 120 °C, the system presents the same performance of the classical arrangement.

A poluição das águas se processa num ritmo muito mais assustador que a poluição da atmosfera, e o número de compostos lançados nas águas é maior que o número de poluentes encontrados no ar¹. Uma das características importantes no estudo de águas naturais e residuais é seu conteúdo em matéria orgânica^{2,3}. O parâmetro Demanda Química de Oxigênio (DQO) vem sendo amplamente empregado na avaliação da carga orgânica em águas superficiais e residuais, passível de ser consumida em oxidações aeróbicas.

Para a estimativa do teor de material orgânico em águas utilizam-se métodos de oxidação química. Empregando-se um composto fortemente oxidante como, por exemplo, o dicromato de potássio em meio ácido, a matéria orgânica é oxidada. A reação principal pode ser assim representada:



Neste caso, o método consiste em se oxidar a amostra com excesso de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ a quente, em meio ácido sulfúrico e sulfato de prata como catalisador. Após duas horas de refluxo, titula-se o dicromato de potássio residual com solução padronizada de sulfato ferroso amoniacal utilizando-se ferroína como indicador.

O resultado final do teste expressa a quantidade (em mg de oxigênio equivalente ao $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) que foi utilizada para oxidação de um litro de amostra e pode assim ser entendida como uma “medida” da quantidade de matéria orgânica.

Em muitos casos, existe uma relação entre a DQO e a DBO (Demanda Bioquímica de Oxigênio). Como a determinação da primeira é muito mais simples e rápida que a da segunda, a determinação da DQO cresce em importância, principalmente no caso de controles de efluentes ou de estações de tratamentos.

Em operação de rotina, a determinação da DQO requer a utilização de um sistema de refluxo para cada amostra por duas horas⁴. Como as determinações são feitas pelo menos em duplicata (inclusive o branco) a quantidade de material envolvido e o espaço ocupado tornam-se relativamente grandes. Isto limita, quase sempre, o número de determinações da DQO que poderiam ser feitas simultaneamente.

Neste trabalho propõe-se a substituição dos sistemas de refluxo utilizados convencionalmente por um bloco digestor de

alumínio para 15 provas (Fig. 1). As amostras são colocadas no digestor acondicionadas em tubos de vidro tampados com um funil. A haste do funil é curvada e sua extremidade toca a lateral do tubo (Fig. 2). O funil de vidro substitui o condensador de refluxo do sistema convencional permitindo um refluxo brando pela lateral do tubo, evitando projeção de material causada pelo gotejamento no centro da amostra.

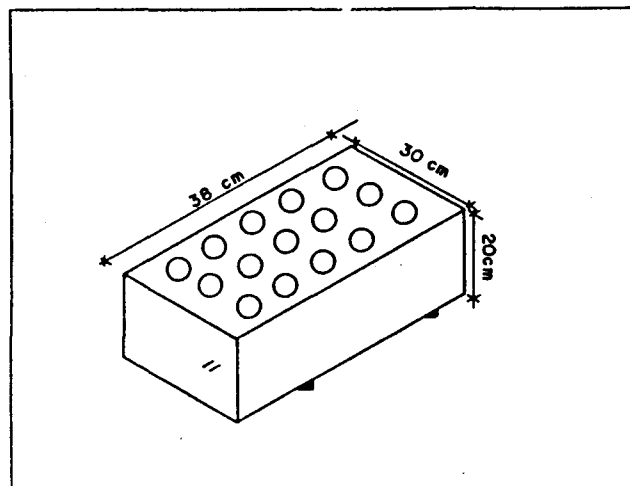


Figura 1. Bloco digestor de alumínio para 15 provas.

O bloco digestor deve ser ajustado de tal forma que a temperatura das amostras permaneça entre 110–120 °C. Constatou-se que com temperaturas mais elevadas os resultados diferem daqueles obtidos quando utiliza-se o processo convencional.

As contribuições de alternativa proposta para a execução de refluxo em funil foram a dispensa da utilização da vidraria, tal como balões e condensadores, de conjunto de aquecimento, de sistemas de refrigeração e a redução significativa do espaço físico ocupado nos laboratórios. O emprego dos tubos de vidro dispensa também a transferência das amostras para erlenmeyer, uma vez que a titulação do excesso de dicromato é feita diretamente no próprio tubo.

Os resultados do parâmetro DQO são interpretados considerando-se intervalos de valores permitidos para diferentes

FIGURA 2

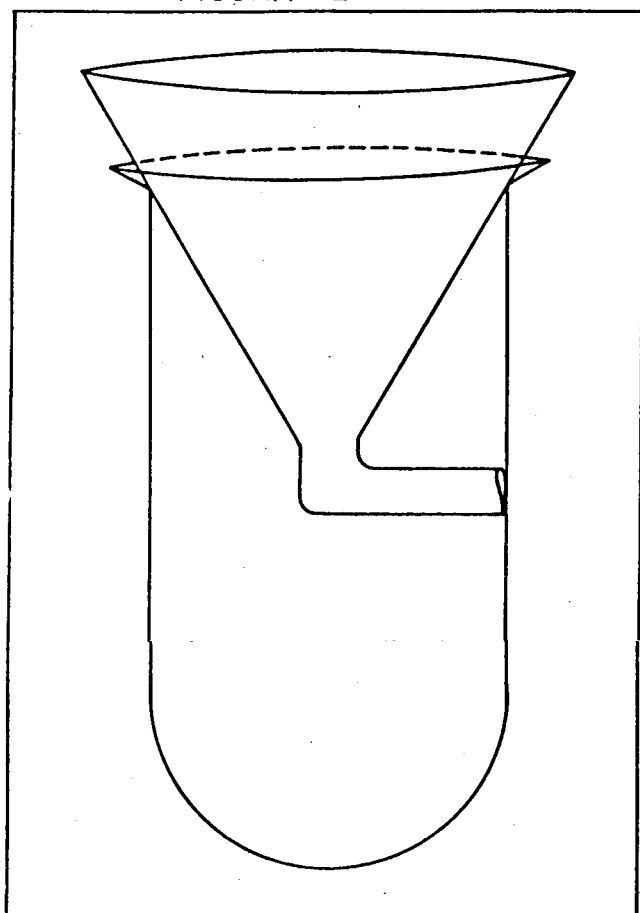


Figura 2. Tubo de vidro com o funil de haste curva para refluxo.

classificações de despejos e/ou mananciais. Na tabela não foram observadas diferenças significativas entre as médias de 5 repetições de mesma concentração do padrão para DQO, ftalato ácido de potássio⁵ empregando-se o refluxo em funil ou o sistema convencional de refluxo^{4,5}.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Professor Romeu Magnani, à FAPESP (Proc.88/3391-7), à TECNAL-Equipamentos para Laboratórios Ltda., às funcionárias Maria Aparecida Polli Silvestre e Cilene do Carmo Federici.

TABELA

Valores de DQO (5 repetições) para concentrações crescentes do padrão ftalato ácido de potássio⁵ utilizando-se o sistema convencional de refluxo (SCR) e o refluxo em funil (RF).

DQO		DQO	
SCR	RF	SCR	RF
15	19	35	29
19	21	35	33
16	15	43	37
17	16	39	27
17	14	35	33
(*) m=17	m=17	m=37	m=32
(**) s=1,5	s=2,9	s=3,6	s=3,9
88	94	178	144
99	102	161	182
79	96	155	147
89	92	140	173
94	89	185	158
m=90	m=95	m=164	m=161
s=7,5	s=4,9	s=18	s=16
224	226	428	424
212	225	446	417
218	229	448	410
220	226	420	414
212	229	430	414
m=217	m=227	m=435	m=416
s=5,2	s=1,9	s=12	s=5,2

(*) média

(**) desvio padrão

REFERÊNCIAS

1. Fellenberg, G.; "Introdução aos problemas da poluição ambiental"; E.P.U./Springer/EDUSP, São Paulo (1980).
2. Benn, F. N.; McAuliffe, C. A.; "Química da poluição"; LTC/EDUSP, São Paulo (1981).
3. "Água - qualidade, padrões de potabilidade e poluição"; CETESB, São Paulo.
4. Rand, M. C.; Greenberg, A. E.; Taras, M. J. "Standard methods for the examination of water and wastewater"; WPCF/APHA/AWWA, Washington (1975).
5. Hump, H.H.; Krist, H. "Laboratory Manual for the examination of water, waste water, and soil"; Weinheim - FRG, VCH (1988).