

## USEPA<sup>1</sup> Método de digestão reator

**Método 8000**

0.7 a 40.0<sup>3</sup> 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.

<sup>1</sup> 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.

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

<sup>3</sup> 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 <sup>1</sup> ) | —                                 |
| DR 900                    | 4846400                   | Tampa fornecida com o instrumento |

<sup>1</sup> 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 <a href="#">Informação específica do instrumento</a> 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.

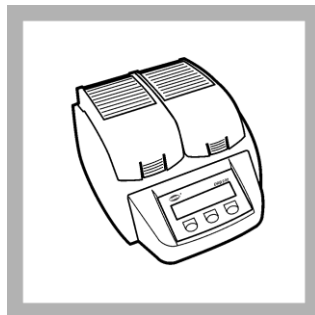
## Procedimento digestão reator



**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.

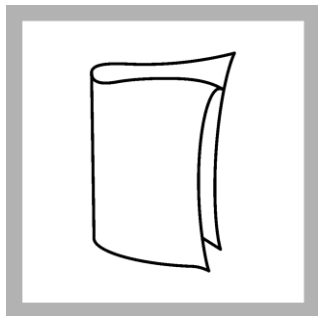


**4. Prepare a amostra:** Remova a tampa do frasco da faixa selecionada. Mantenha o frasco em um ângulo de 45°. Use uma pipeta limpa para adicionar 2.00 mL de amostra ao frasco. Para frascos de 250-15000 mg/L: use pipeta TenSette para adicionar 0,20 mL de amostra.

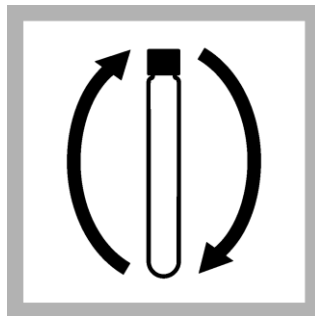


**5. Prepare o branco:**

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.

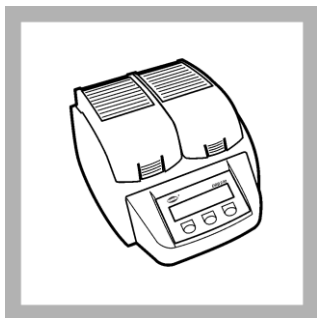


**7.** Segure os frascos pela tampa, sobre uma pia. Inverta cuidadosamente algumas vezes para misturar.

**Os frascos ficam bastante quentes durante a agitação.**



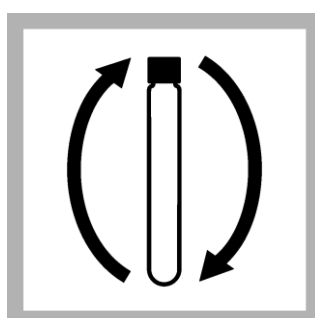
**8.** Coloque os frascos do reator DRB200 pré-aquecido. Feche a tampa.



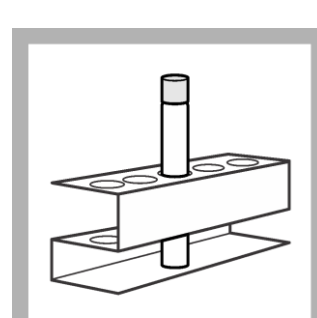
**9.** Aqueça os frascos por 2 horas.



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

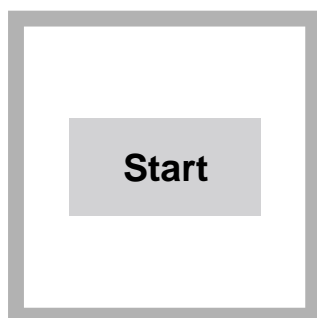


**11.** Inverta cada frasco várias vezes enquanto ainda estiverem aquecidos.



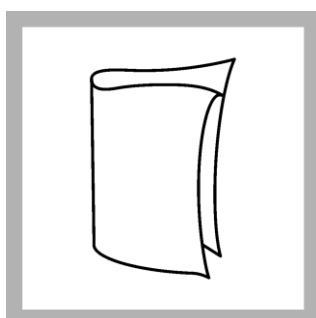
**12.** Coloque os frascos no suporte para resfriarem até a temperatura ambiente.

## Procedimento colorimétrico

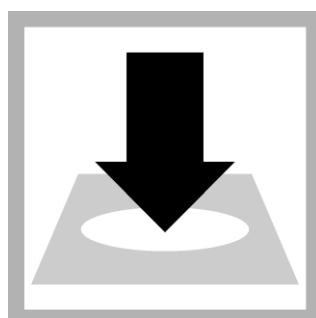


1. Inicie o programa **431 DQO ULR**, **430 DQO LR** ou **435 DQO HR**. Para informação sobre células de amostras, adaptadores ou cortinas de luz, verifique a [Informação específica do instrumento](#) na página 1

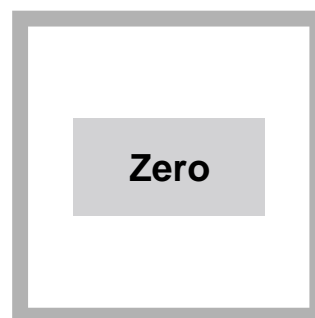
**Nota:** Apesar do nome do programa poder ser diferente nos equipamentos, o número do programa não se altera.



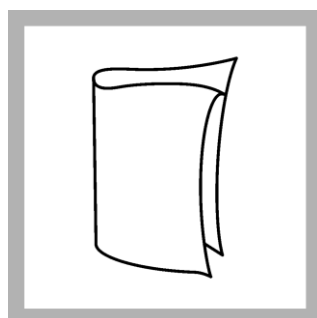
2. Limpe o frasco do branco.



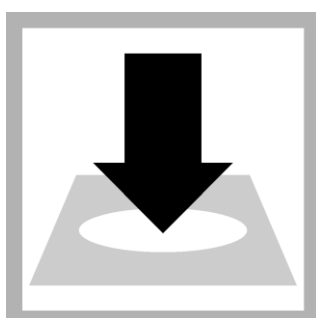
3. Insira o branco no compartimento de célula.



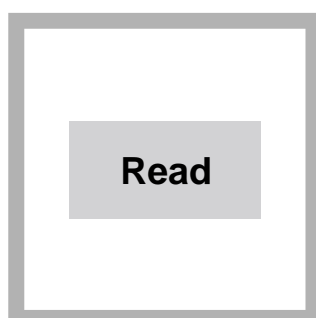
4. Pressione **ZERO**. O display mostra 0 ou 0.0 mg/L DQO.



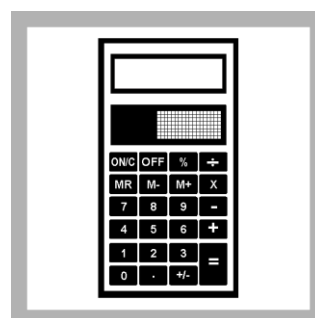
5. Limpe o frasco da amostra preparada.



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 ( $\text{HgSO}_4$ ) 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 $\text{Cl}^-$ ) | Coluna 2 (mg/L $\text{Cl}^-$ para amostras diluídas) | Coluna 3 (mg/L $\text{Cl}^-$ máximo com $\text{HgSO}_4$ ) |
|----------------------------------|---------------------------------------|--|---|
| ULR <sup>1</sup> (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  |

<sup>1</sup> 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<br>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 O<sub>2</sub> 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 (Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>) para íon crômico (Cr<sup>3+</sup>).

Quando o método colorimétrico 0.7–40.0 ou 3–150 mg/L é usado, a quantidade de Cr<sup>6+</sup> que permanece é medido. Quando o método colorimétrico 20–1500 mg/L ou 200–15,000 mg/L é usado, a quantidade de Cr<sup>3+</sup> 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 <sub>3</sub> -N, NO <sub>3</sub> -N, PO <sub>4</sub> , COD, SO <sub>4</sub> , COT | 500 mL  | 2833149  |



**Reagentes opcionais e aparatos (continuação)**

| <b>Descrição</b>   | <b>Unidade</b> | <b>Item no.</b>      |
|--|----------------|----------------------|
| 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 <sup>1</sup> |
| Papel, para pesagem, 100 x 100 mm  | 500/<br>pacote | 1473885              |
| Óculos de segurança  | Unidade        | 2550700              |
| Solução padrão águas residuais, parâmetro misto, para NH <sub>3</sub> -N, NO <sub>3</sub> -N, PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , COD, SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , TOC | 500 mL         | 2833249              |

<sup>1</sup> 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](http://www.hach.com); E-mail – [techhelp@hach.com](mailto:techhelp@hach.com)

**HACH COMPANY**  
WORLD HEADQUARTERS  
Telephone: (970) 669-3050  
FAX: (970) 669-2932