

Atividade 1

Quantificação de Oxigênio Dissolvido (OD) em água por titulação iodométrica e azida sódica modificada (método Winkler) - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (SMEWW)

A quantificação do oxigênio dissolvido em água é extremamente importante para o controle de qualidade da água e compreensão do curso d'água em análise, podendo-se estipular quais espécies de seres vivos e estados de oxidação dos metais ali presentes.

Nesse experimento a análise será feita de *água reagente* (água mais pura encontrada no laboratório) aerada por bomba, situação comumente usada como padrão de trabalho para ensaios de OD. Utilizando a temperatura da água aerada quando complexada, faz-se um cálculo de “recuperação” frente tabela de [OD](mg/L) / T(°C) localizada no anexo. A tabela disponibilizada já está corrigida pela pressão atmosférica e salinidade.

Em função do ensaio utilizar-se de soluções e reagentes altamente reativos como ácido sulfúrico 96% p.a., é imprescindível a utilização de **EPIs** e **EPCs** como jaleco, luvas, óculos de proteção e capela. Ao final do ensaio, em função das concentrações e volumes dos reagentes utilizados, o volume de titulante fatorado corresponderá diretamente a concentração de OD em mg/L ou ppm quando aplicado o fator de correção.

Materiais e equipamentos

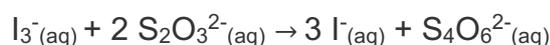
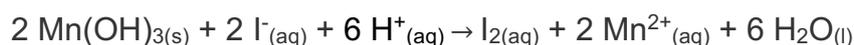
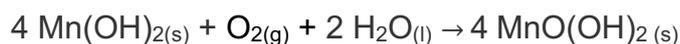
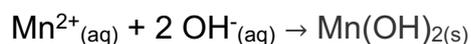
- Bureta;
- Difusor de ar (ponteira de plástico perfurada);
- Erlenmeyer;
- Frasco de DBO ou com tampa esmerilhada;
- Pipetas volumétricas e/ou graduadas;
- Sistema de insuflação de ar;
- Termômetro.

QFL 1605 – Química Experimental Ambiental

Reagentes

- Ácido Sulfúrico 96% p.a.;
- Água reagente;
- Alcalina de azida sódica modificada;
- Amido 0,5%;
- Cloreto de sódio;
- Fluoreto de potássio 40% (apenas para amostra real de água);
- Sulfato manganoso;
- Tiosulfato de sódio 0,025 M fatorado.

Reações



Experimento

O experimento será realizado em quatro condições de água reagente: temperatura ambiente (N), resfriada (R), aquecida (A) e salinizada com NaCl (S). A condição deve ser mantida durante o processo de insuflação e descanso.

Adicione 400 mL de água reagente condicionada em um Erlenmeyer de 500 mL. Introduza o sistema de insuflação de ar e mantenha-o por 15 minutos, vedando a boca do Erlenmeyer com plástico filme a fim de evitar respingos. Passado o tempo, remova o sistema de insuflação e insira o termômetro. Mantenha a solução aerada em repouso por 10 minutos e anote a temperatura.

Transfira a água reagente aerada para o frasco de DBO realizando previamente uma ambientação do mesmo. Preencha até próximo a boca do frasco, tampe-o realizando o transbordo do excesso e verificando a inexistência de bolsão de ar internamente. Remova a tampa e adicione 2 mL de sulfato manganoso e azida sódica modificada respectivamente.

Realize novo transbordo ao tampar, seque o frasco e envolva a tampa com papel. Com apenas uma mão, utilize o dedo indicador para segurar a tampa, os

QFL 1605 – Química Experimental Ambiental

demais para o frasco e agite veementemente (peça auxílio ao professor ou monitor caso necessário) em movimento de arco. Quando não for mais notada a formação de precipitado, repouse o frasco e aguarde a decantação do sólido até metade do frasco ao menos. É **imprescindível o uso de luvas e óculos** na transferência do ácido sulfúrico p.a. (na capela) e transbordo. Adicione 2 mL de fluoreto de potássio* e ácido sulfúrico p.a. respectivamente (*se amostra real, caso não, 2 mL de água reagente) e realize novo transbordo. Novamente, seque, envolva a tampa e agite em arco até total dissolução do sólido. Mantenha-se com os EPIs para as etapas seguintes.

Descarte a água reagente aerada sobressalente contida no Erlenmeyer e seque-o. Transfira 200 mL da solução contida no frasco de tampa esmerilhada para o Erlenmeyer utilizando pipeta volumétrica de 200, 100 ou 50 mL. Com o sistema de titulação montado (recomendado bureta de 10 mL), titule o tri-iodeto com tiossulfato de sódio fatorado até a solução adquirir coloração amarelo-palha. Adicione 0,5 mL de amido e continue a titulação até a solução manter-se incolor por ao menos 30 segundos. Em amostras de água natural pode haver certo problema na identificação do momento de adição do amido em função do matiz da água apresentar cor amarelada. Caso ao adicionar o amido a solução não fique azulada, repita todo o experimento.

Condição: ____ Temperatura: _____ Fator de correção (fc): _____

Volume de tiossulfato de sódio 0,025 M utilizado: _____

Volume corrigido pela fatoração: _____

Recuperação (*): _____ % (aceitável entre 80 e 120% para amostra N)

*para amostras A, R e S, comparar com o valor referente a temperatura medida da amostra N

Questões

1. A azida não é encontrada nas reações. Qual sua função? E do fluoreto?
2. Compare os resultados das diferentes condições de água reagente aerada e debata os resultados pensando em suas implicações ambientais.

QFL 1605 – Química Experimental Ambiental

Referências

Baird, C.; Cann, M. *Environmental Chemistry*. Fifth edition, Freeman: 2012, 413-414.

Ibanez, J.G.; Hernandez-Esparza, M.; Doria-Serrano, C.; Fregoso-Infante, A.; Singh M.M. (2008) *Dissolved Oxygen in Water*. In: Environmental Chemistry. Springer, New York, NY

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. **4500-O Oxygen (Dissolved)**. 23th Edition, 2017.

Anexo

Tabela 1 – Correção entre temperatura e OD à 0,91 atm

T (°C)	OD (ppm)								
15,0	9,15	18,3	8,54	21,6	7,99	24,9	7,50	28,2	7,06
15,1	9,13	18,4	8,52	21,7	7,97	25,0	7,49	28,3	7,05
15,2	9,11	18,5	8,50	21,8	7,96	25,1	7,47	28,4	7,04
15,3	9,09	18,6	8,48	21,9	7,94	25,2	7,46	28,5	7,03
15,4	9,07	18,7	8,47	22,0	7,93	25,3	7,45	28,6	7,01
15,5	9,05	18,8	8,45	22,1	7,91	25,4	7,43	28,7	7,00
15,6	9,03	18,9	8,43	22,2	7,90	25,5	7,42	28,8	6,99
15,7	9,01	19,0	8,41	22,3	7,88	25,6	7,40	28,9	6,98
15,8	8,99	19,1	8,40	22,4	7,87	25,7	7,39	29,0	6,96
15,9	8,98	19,2	8,38	22,5	7,85	25,8	7,38	29,1	6,95
16,0	8,96	19,3	8,36	22,6	7,84	25,9	7,36	29,2	6,94
16,1	8,94	19,4	8,35	22,7	7,82	26,0	7,35	29,3	6,93
16,2	8,92	19,5	8,33	22,8	7,81	26,1	7,34	29,4	6,91
16,3	8,90	19,6	8,31	22,9	7,79	26,2	7,32	29,5	6,90
16,4	8,88	19,7	8,30	23,0	7,78	26,3	7,31	29,6	6,89
16,5	8,86	19,8	8,28	23,1	7,76	26,4	7,30	29,7	6,88
16,6	8,84	19,9	8,26	23,2	7,75	26,5	7,28	29,8	6,87
16,7	8,82	20,0	8,25	23,3	7,73	26,6	7,27	29,9	6,85
16,8	8,81	20,1	8,23	23,4	7,72	26,7	7,26	30,0	6,84
16,9	8,79	20,2	8,21	23,5	7,70	26,8	7,24		
17,0	8,77	20,3	8,20	23,6	7,69	26,9	7,23		
17,1	8,75	20,4	8,18	23,7	7,67	27,0	7,22		
17,2	8,73	20,5	8,16	23,8	7,66	27,1	7,20		
17,3	8,71	20,6	8,15	23,9	7,64	27,2	7,19		
17,4	8,70	20,7	8,13	24,0	7,63	27,3	7,18		
17,5	8,68	20,8	8,12	24,1	7,62	27,4	7,17		
17,6	8,66	20,9	8,10	24,2	7,60	27,5	7,15		
17,7	8,64	21,0	8,08	24,3	7,59	27,6	7,14		
17,8	8,62	21,1	8,07	24,4	7,57	27,7	7,13		
17,9	8,61	21,2	8,05	24,5	7,56	27,8	7,11		
18,0	8,59	21,3	8,04	24,6	7,54	27,9	7,10		
18,1	8,57	21,4	8,02	24,7	7,53	28,0	7,09		
18,2	8,55	21,5	8,00	24,8	7,52	28,1	7,08		