

CPRM – Serviço Geológico do Brasil
Diretoria de Hidrologia e Gestão Territorial – DHT
Superintendência Regional de Belo Horizonte – SUREG-BH
Gerência de Hidrologia e Gestão Territorial – GEHITE
Laboratório de Sedimentometria e Qualidade das Águas - LSQA

Manual
Medição *in loco*:
Temperatura, pH, Condutividade Elétrica e Oxigênio Dissolvido
Versão maio 2007

Organizado por
Magda Cristina Ferreira Pinto



Maio, 2007

Equipes da CPRM/SUREG-BH participantes do treinamento:

LSQA

Magda Cristina Ferreira Pinto
Química

Denise Lemos Dias
Técnica em Química

Edson Jorge Pereira
Assistente Técnico Especializado

Atividades de Campo

Amarildo Gomes de Assis
Técnico em Hidrologia

Antônio Castro Neto
Técnico em Hidrologia

Antônio Luiz do Nascimento
Técnico em Hidrologia

Avilmar Gomes de Assis
Técnico em Hidrologia

Carlos Rubens Guimarães Pereira
Técnico em Hidrologia

Gesler Pereira
Assistente Técnico Especializado

Rodney Geraldo do Nascimento
Técnico em Hidrologia

Sidney Luiz do Nascimento
Técnico em Hidrologia

Valter Gonçalves de Araújo
Assistente Técnico Especializado

ÍNDICE

Apresentação	i
Medições "in loco".....	1
1. Temperatura	1
1.1 Medição.....	1
2. Condutividade elétrica.....	1
2.1. Medição.....	2
2.2. Conservação da sonda e da solução padrão.....	3
3. pH.....	3
3.1. Medição.....	3
3.2. Conservação do eletrodo de pH e das soluções tampões de pH.....	5
4. Oxigênio dissolvido (OD)	5
4.1. Medição.....	8
4.1.1 Método de Winkler modificado com azida sódica	8
4.1.1.1 Procedimento.....	8
4.1.2. Método eletrométrico	10
Operações de Medições.....	12
5.1. Equipamentos WTW	12
5.1.1. MultiLine P4	12
pH.....	12
Calibragem	12
Leitura de pH.....	12
Condutividade Elétrica.....	13
Calibragem	13
Leitura de condutividade elétrica	13
Oxigênio Dissolvido.....	13
Calibragem	13
Leitura de Oxigênio Dissolvido	14
5.1.2. MultiLine P3	14
pH.....	14
Calibragem	14
Leitura de pH de amostras.....	15
Condutividade elétrica.....	15
Calibragem	15
Leitura de condutividade elétrica	15
5.1.3. WTW 315i.....	16
Condutividade elétrica.....	16
Selecionar a constante da célula	16
Ativar/desativar a compensação de temperatura TC	16
Selecionar a temperatura de referência.....	17
Calibragem	17
Leitura de condutividade elétrica	17
pH.....	17

Calibragem	17
Leitura de pH.....	18
Oxigênio Dissolvido (OD)	18
Calibragem	18
Leitura de OD	19
5.1.4. WTW – LF330	19
Condutividade elétrica.....	19
Calibragem	19
Leitura de condutividade elétrica	19
pH.....	19
Calibragem	19
Leitura de pH.....	20
Oxigênio Dissolvido (OD)	20
Calibragem	20
Leitura de OD.....	21
5.1.5. WTW – LF 320	21
Condutividade elétrica.....	21
Calibragem	21
Leitura de condutividade elétrica	21
Oxigênio Dissolvido (OD)	21
Calibragem	21
Leitura	22
5.2. Equipamento Digimed.....	23
5.2.1 DM-2	23
pH.....	23
Calibragem	23
Leitura	24
5.2.1 DM-3	24
Condutividade elétrica.....	25
Calibragem	25
Leitura de condutividade elétrica das amostras.....	25
5.3. Equipamento SCHOTT	26
5.3.1. Handylab multi 12.....	26
pH.....	26
Calibragem	26
Leitura de pH.....	26
Condutividade Elétrica.....	27
Calibragem	27
Leitura de condutividade elétrica	27
Oxigênio Dissolvido.....	27
Calibragem	27
Leitura de Oxigênio Dissolvido	28
5.4. Equipamento Corning	28
5.4.1. CORNING M90	28
pH.....	28
Calibragem	28
Leitura de pH.....	29
Condutividade Elétrica.....	29

Calibragem	29
Leitura de condutividade elétrica	29
Oxigênio Dissolvido (OD)	30
Calibragem	30
Leitura de oxigênio dissolvido	30
5.5. Equipamento HANNA	31
5.5.1. HANNA Hi 8424	31
pH.....	31
Calibragem	31
Leitura de pH.....	31
5.5 Mensagens.....	32
Manutenção dos equipamentos	34
6.1 Limpeza diária dos sensores.....	34
6.2 Limpeza mensal dos sensores.....	34
6.2.1 Limpeza do sensor de pH.....	34
Limpeza química com solução de detergente.....	34
Limpeza química com ácido clorídrico 1 molar.....	34
6.2.2 Limpeza do sensor de condutividade elétrica.....	35
Limpeza química com solução de detergente.....	35
6.2.3 Limpeza do sensor do sensor de OD.....	35
Limpeza química da membrana de OD com detergente.....	35
Limpeza mecânica do anodo	35
Limpeza química do anodo com solução de hidróxido de amônio 14%	36
6.2.3 Substituição da solução eletrolítica da membrana de OD.....	37
6.2.4 Substituição da membrana do sensor de OD.....	37
Ficha de campo.....	38
Banco de dados.....	40
Bibliografia	42

Índice de Figura

Figura 1. Esquema de um termômetro.	1
Figura 2. Escala de pH.	3

Figura 3. Esquema de um eletrodo combinado de pH.	4
Figura 4. Esquema de um sensor de OD.	35
Figura 5. Ficha de campo de medição <i>in loco</i> de QA.	39
Figura 6. Menu principal do banco de dados de QA.	40
Figura 7. Formulário de entrada de dados de QA.	41

Índice de Tabela

Tabela 1. Concentração de saturação de OD em diferentes temperaturas e altitudes*.	7
---	---

Índice Quadro

Quadro 1. Hanna HI 8424 Medidor de pH.	32
Quadro 2. CORNING M90.	32
Quadro 3. Equipamentos da WTW.	33

Apresentação

A CPRM – Serviço Geológico do Brasil opera a Rede Hidrometeorológica da Agência Nacional de Águas (ANA). Dentre os objetivos dessa Rede, têm-se as medições *in loco* dos seguintes parâmetros de qualidade de água: temperatura da água e do ar, pH, condutividade elétrica, oxigênio dissolvido.

Os hidrotécnicos e hidrometristas da CPRM/SUREG-BH vêm sendo treinados e acompanhados em medição *in loco* de qualidade de água pela equipe do LSQA desde 1999. Tais treinamentos vieram demonstrar a necessidade de se elaborar um manual, contendo os procedimentos de medição *in loco* e algumas informações sobre os parâmetros medidos. No decorrer dos anos, foi possível constatar que o treinamento e acompanhamento das equipes de campo foram determinantes para melhoria de aquisição de dados de qualidade de água.

Este material compõe em três partes: primeira parte descreve sucintamente aspectos teóricos de cada parâmetro de qualidade de água e roteiro simplificado de medição; a segunda parte apresenta detalhadamente os procedimentos de medição, agrupados por marca e modelo dos equipamentos utilizados; e a terceira parte descreve os procedimentos de manutenção dos equipamentos e das soluções. O conteúdo deste material baseou-se em técnicas analíticas e em informações contidas no manual dos equipamentos.

Finalmente, é importante ressaltar que este material poderá representar, além de um material suporte para os profissionais envolvidos na operação da Rede, um mecanismo de discussão para sistematizar os procedimentos de medição *in loco*.

Magda Cristina Ferreira Pinto
Química Analista
CPRM/SUREG-BH

Medições *in loco*

1. Temperatura

Temperatura é a medida da intensidade de calor expresso em uma determinada escala. Uma das escalas mais usadas é *grau centígrado* ou *grau Celsius* ($^{\circ}\text{C}$). A temperatura pode ser medida por diferentes dispositivos, como, por exemplo, termômetro ou sensor. Na operação da Rede, utiliza-se o termômetro.

O termômetro consiste de um tubo fino de vidro graduado preenchido com mercúrio ou álcool. Para as medições realizadas em qualidade da água utiliza-se preferencialmente o termômetro de álcool.

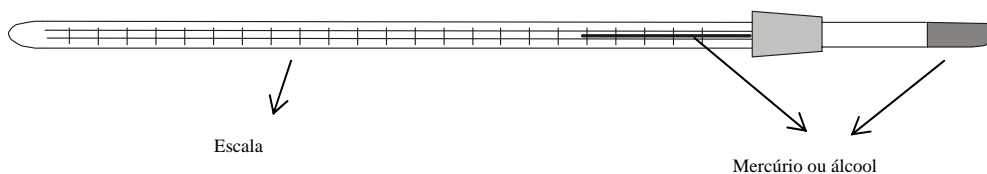


Figura 1. Esquema de um termômetro.

1.1 Medição

1. Coloque a ponta (bulbo) do termômetro de álcool no curso d'água.
2. Mantenha o bulbo do termômetro por alguns minutos no curso d'água.
3. Leia a temperatura. A leitura deve ser feita no nível dos olhos.

2. Condutividade elétrica

Condutividade elétrica é uma medida da habilidade de uma solução aquosa de conduzir uma corrente elétrica devido à presença de íons. Essa propriedade varia com a concentração total de substâncias ionizadas dissolvidas na água, com a temperatura, com a mobilidade dos íons, com a valência dos íons e com as concentrações real e relativa de cada íon.

A condutividade elétrica pode ser expressa por diferentes unidades e, principalmente, por seus múltiplos. No Sistema Internacional de Unidades (S.I.), é reportada como Siemens por metro (S/m). Entretanto, em medições realizadas em amostras de água, utiliza-se preferencialmente microSiemens ($\mu\text{S}/\text{cm}$) ou miliSiemens por centímetro (mS/cm). Para reportar dados de condutividade elétrica em unidades S.I., segue-se a relação $1\text{mS}/\text{cm} = 10 \mu\text{S}/\text{cm}$. Os Estados Unidos adotam-se a unidade mho/cm, mantendo a relação $\text{mho}/\text{cm} = \text{S}/\text{cm}$.

A condutividade elétrica é uma propriedade que depende expressivamente da temperatura. Devido a isso, os dados de condutividade elétrica devem ser acompanhados da temperatura na qual foi medida. Para propósitos comparativos de dados de condutividade elétrica, defina-se uma das temperaturas de referência (20 °C ou 25 °C). Na operação da Rede Hidrometeorológica, adota-se a temperatura de referência de 20 °C (Banco de dados HIDRO).

Os equipamentos disponíveis atualmente são capazes de fornecer a condutividade elétrica já convertida para uma das temperaturas de referência. Entretanto dados em que não se referem às essas temperaturas podem ser convertidos, utilizando as seguintes equações:

$$\text{Condutividade elétrica a } 20\text{ °C} = \frac{\chi_{\text{medida}}}{1 - (0,0208(20 - T))}$$

onde: χ_{medida} = condutividade elétrica medida
T = temperatura de medida da condutividade elétrica,

ou conforme APHA, 1995:

$$\text{Condutividade elétrica a } 25\text{ °C} = \frac{\chi_{\text{medida}}}{1 + 0,019(T - 25)} \quad (2510 \text{ Conductivity-B})$$

onde: χ_{medida} = condutividade elétrica medida
T = temperatura de medida da condutividade elétrica

2.1. Medição

A determinação da condutividade elétrica é realizada pelo método condutivimétrico, que se baseia na medição da resistência da amostra e dado em condutância específica (condutividade elétrica a 20 ou 25 °C).

O procedimento de medição de condutividade elétrica depende da marca e do modelo do condutivímetro utilizado. Algumas etapas do procedimento são consideradas comuns a todos os equipamentos, o que permite estabelecer um roteiro simplificado, como descrito a seguir:

1. Ligar o aparelho.
2. Deixar o equipamento ligado durante aproximadamente 10 minutos.
3. Lavar a sonda de condutividade elétrica com água destilada e enxugar com papel absorvente macio.
4. Ajustar o aparelho com solução padrão de condutividade elétrica¹ (1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 °C ou 1278 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 20 °C).
5. Lavar e enxugar novamente a sonda.
6. Proceder a leitura de condutividade elétrica da amostra conforme estabelecido pelo fabricante (consultar o manual).
7. Após a leitura da amostra, lavar o eletrodo e guardar conforme especificação do fabricante.

¹ A solução padrão de condutividade elétrica é uma solução de cloreto de potássio (KCl) 0,01 mol/L.

2.2. Conservação da sonda e da solução padrão

Alguns cuidados são requeridos para conservação da sonda e da solução padrão de condutividade elétrica.

Sonda:

- manter a sonda sempre limpa;
- acondicionar a sonda conforme estabelecido pelo fabricante: imerso em água destilada ou não (consultar o manual do equipamento);
- não deixar nenhum pedaço de papel aderido na célula.

Solução padrão de condutividade elétrica:

- Manter a solução padrão de condutividade elétrica em local fresco;
- Não inserir sonda suja ou molhada na solução padrão de condutividade elétrica;
- Se a solução apresentar algum material em suspensão ou precipitado descarte-as;
- Trocar a solução do frasco: lavar com água destilada, fazer ambiente no frasco com a própria solução (colocar uma pequena porção da solução e “molhe” toda a parte interna do frasco e descarte-a) e colocar uma nova solução.

3. pH

O pH é uma medida da intensidade do caráter ácido de uma solução. É dado pela atividade do íon hidrogênio (H^+), sendo medido potenciométricamente e apresentado em uma escala anti-logarítmica. A escala de pH, compreendida entre 0 e 14, indica se o meio é ácido, básico ou neutro, quando o pH for menor, maior ou igual a 7, respectivamente. O pH é uma propriedade expressa unidimensionalmente, ou seja, sem unidade.

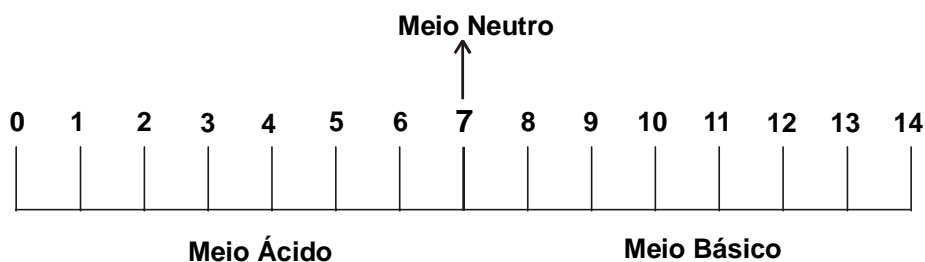


Figura 2. Escala de pH.

3.1. Medição

A medição de pH da água pode ser feita por indicadores ácido-bases, indicadores universais e eletrométrico, entretanto o método eletrométrico é considerado o mais preciso. Esse método consiste na medição da diferença de potencial resultante da diferença de concentração de íons H^+ entre a solução interna do eletrodo e a amostra, sendo convertido para a escala de pH.

O método eletrométrico utiliza um aparelho chamado peagômetro (ou medidor de pH) constituído basicamente de um potenciômetro e um eletrodo de hidrogênio (ou, mais comumente, eletrodo de pH).

Há diferentes tipos de eletrodos de pH, porém o eletrodo combinado (Figura 3) é o mais usado para medições em amostras de água. O eletrodo combinado de pH consiste de duas partes confeccionadas de vidro: um eletrodo de pH, que corresponde a parte interna (7), e outro eletrodo de referência, que corresponde a parte externa (6)². Em ambos os eletrodos, há um fio (4 e 5) de prata coberto de cloreto de prata (Ag/AgCl) e uma solução eletrolítica de cloreto de potássio (KCl) 3 M (ou 3 mol/L). Alguns modelos de eletrodos permitem a troca da solução eletrolítica por meio de um orifício na parte superior (8)³. A parte inferior do eletrodo de pH consiste de um bulbo (2) revestido por um material (1) de vidro especial onde ocorre a medição de pH.

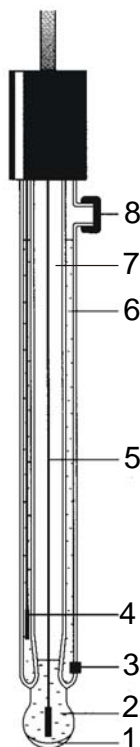


Figura 3. Esquema de um eletrodo combinado de pH.

Antes de realizar as medições de pH das amostras, os peagômetros devem ser ajustados (ou calibrados) com solução tampão pH. O ajuste pode ser feito com duas soluções padrões (pH 4 e 7 ou 7 e 10) ou mesmo com apenas uma das soluções tampões. O ajuste mais usado é com as duas soluções tampões pH 4 e 7. Alguns peagômetros mais atuais permitem aos usuários selecionar quantos pontos de calibragem e quais as soluções tampões a serem usadas.

Um roteiro simplificado para operação do peagômetro será descrito a seguir:

1. Ligar o aparelho.
2. Deixar o equipamento ligado durante aproximadamente 10 minutos.
3. Lavar o bulbo do eletrodo de pH com água destilada e enxugar com papel absorvente macio;

² Eletrodos combinados podem ter o corpo externo confeccionado de plástico e somente o bulbo de vidro, os quais são recomendados para atividades de campo.

³ Em alguns eletrodos a solução eletrolítica é substituída por um gel, não havendo necessidade de troca da mesma.

4. Ajustar o aparelho com duas soluções padrões de pH (4 e 7 ou 7 e 10), seguindo as instruções do fabricante.
5. Lavar e enxugar novamente o eletrodo.
6. Proceder a leitura de pH da amostra conforme estabelecido pelo fabricante.
7. Após a leitura da amostra, lavar o eletrodo e guardar na capa protetora com solução de KCl 3 M.

3.2. Conservação do eletrodo de pH e das soluções tampões de pH

Alguns cuidados são necessários para conservação do eletrodo de pH e das soluções tampões de pH.

Eletrodo de pH

- Manter os eletrodos sempre limpos.
- Durante o uso constante, o eletrodo de pH deverá ser guardado com a capa protetora do bulbo contendo solução de cloreto de potássio (KCl) 3 M.
- Em longo período sem utilizar, o eletrodo de pH deverá ser mergulhado em solução tampão pH 4.
- Não deixar nenhum pedaço de papel aderido quando enxugar a parte inferior do eletrodo.
- Trocar a solução eletrolítica (KCl 3 M) de dentro do eletrodo quando estiver suja. Neste caso, recomenda-se utilizar uma seringa com agulha.

Soluções:

- Manter as soluções tampões pH 4, 7 e 10 e de KCl 3M em locais frescos.
- Não trocar as tampas dos frascos para evitar contaminação da solução. É recomendável que faça inscrição nas tampas, identificando as soluções.
- Não inserir eletrodo sujo ou molhado nas soluções.
- Se as soluções apresentarem algum material em suspensão ou precipitado descarte-as.
- Trocar de solução do frasco: lavar com água destilada, fazer ambiente do frasco com a própria solução (Coloque uma pequena porção da solução e “molhe” toda a parte interna do frasco e descarte-a) e colocar uma nova solução.

4. Oxigênio dissolvido (OD)

O oxigênio dissolvido refere-se ao oxigênio molecular (O₂) dissolvido na água. A concentração de OD nos cursos d'água depende da temperatura, da pressão atmosférica, da salinidade, das atividades biológicas, de características hidráulicas (existência de corredeiras ou cachoeiras) e, de forma indireta, de interferências antrópicas, como lançamento de efluentes nos cursos d'água. A unidade de OD utilizada é mg/L.

Uma outra forma de expressar os resultados de OD é em *percentagem de saturação de OD*. A percentagem de saturação de OD (% OD_{Sat}) refere-se à percentagem de OD em relação ao valor concentração de saturação de oxigênio, isto é, a solubilidade do oxigênio, em água à temperatura e à pressão específicas (Tabela 1). Assim, tem-se que:

$$\% \text{ OD}_{\text{Sat}} = \frac{\text{OD}}{\text{OD}_{\text{Sat}}} \times 100$$

OD = oxigênio dissolvido medido (mg/L)

OD_{Sat} = concentração de oxigênio de saturação (mg/L) correspondente à temperatura e à pressão atmosférica no local de medição do OD (Tabela 1).

Tabela 1. Concentração de saturação de OD em diferentes temperaturas e altitudes*.

Solubilidade do oxigênio (mg/L)									
Temperatura (°C)	0	500	600	700	800	900	1000	1500	2000
Pressão atmosférica (mmHg)	760	723	716	709	701	695	688	654	622
0,0	14,65	13,88	13,72	13,57	13,41	13,26	13,10	12,33	11,55
1,0	14,25	13,50	13,34	13,19	13,04	12,89	12,74	11,99	11,23
2,0	13,86	13,13	12,98	12,84	12,69	12,54	12,40	11,66	10,93
3,0	13,49	12,78	12,63	12,49	12,35	12,21	12,06	11,35	10,64
4,0	13,13	12,44	12,30	12,16	12,02	11,88	11,74	11,05	10,35
5,0	12,79	12,11	11,98	11,84	11,71	11,57	11,44	10,76	10,08
6,0	12,46	11,80	11,67	11,54	11,41	11,27	11,14	10,48	9,82
7,0	12,15	11,50	11,37	11,25	11,12	10,99	10,86	10,22	9,57
8,0	11,84	11,22	11,09	10,96	10,84	10,71	10,59	9,96	9,34
9,0	11,55	10,94	10,82	10,69	10,57	10,45	10,33	9,72	9,11
10,0	11,27	10,67	10,56	10,44	10,32	10,20	10,08	9,48	8,89
11,0	11,00	10,42	10,30	10,19	10,07	9,96	9,84	9,26	8,67
12,0	10,75	10,18	10,06	9,95	9,84	9,72	9,61	9,04	8,47
13,0	10,50	9,94	9,83	9,72	9,61	9,50	9,39	8,83	8,28
14,0	10,26	9,72	9,61	9,50	9,39	9,28	9,18	8,63	8,09
15,0	10,03	9,50	9,40	9,29	9,18	9,08	8,97	8,44	7,91
16,0	9,82	9,30	9,19	9,09	8,98	8,88	8,78	8,26	7,74
17,0	9,61	9,10	9,00	8,89	8,79	8,69	8,59	8,08	7,57
18,0	9,40	8,91	8,81	8,71	8,61	8,51	8,41	7,91	7,41
19,0	9,21	8,72	8,62	8,53	8,43	8,33	8,23	7,75	7,26
20,0	9,02	8,54	8,45	8,35	8,26	8,16	8,07	7,59	7,11
21,0	8,84	8,37	8,28	8,19	8,09	8,00	7,91	7,44	6,97
22,0	8,67	8,21	8,12	8,02	7,93	7,84	7,75	7,29	6,83
23,0	8,50	8,05	7,96	7,87	7,78	7,69	7,60	7,15	6,70
24,0	8,33	7,89	7,81	7,72	7,63	7,54	7,45	7,01	6,57
25,0	8,18	7,74	7,66	7,57	7,48	7,40	7,31	6,88	6,45
26,0	8,02	7,60	7,51	7,43	7,34	7,26	7,17	6,75	6,32
27,0	7,87	7,45	7,37	7,29	7,20	7,12	7,04	6,62	6,20
28,0	7,72	7,31	7,23	7,15	7,07	6,99	6,91	6,50	6,09
29,0	7,58	7,18	7,10	7,02	6,94	6,86	6,78	6,38	5,98
30,0	7,44	7,04	6,97	6,89	6,81	6,73	6,65	6,26	5,86
31,0	7,30	6,91	6,83	6,76	6,68	6,60	6,53	6,14	5,75
32,0	7,16	6,78	6,70	6,63	6,55	6,48	6,40	6,02	5,64
33,0	7,02	6,65	6,58	6,50	6,43	6,35	6,28	5,91	5,54
34,0	6,89	6,52	6,45	6,38	6,30	6,23	6,16	5,79	5,43
35,0	6,75	6,39	6,32	6,25	6,18	6,11	6,03	5,68	5,32

*Valores calculados por equações empíricas (Pöpel, 1979, Qasim, 1985).

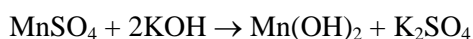
4.1. Medição

A medição de oxigênio dissolvido pode ser realizada por duas técnicas analíticas: titulométrica (método Winkler modificado com azida sódica) e eletrométrica.

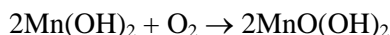
4.1.1 Método de Winkler modificado com azida sódica

O método titulométrico consiste na adição de solução de manganês bivalente, seguida de uma alcalina forte. O oxigênio dissolvido oxida rapidamente a uma quantidade equivalente a de hidróxido manganoso. Em meio ácido, o manganês oxidado libera iodo (I_2) que, então, é titulado com solução padrão de tiosulfato de potássio. As etapas serão detalhadas a seguir.

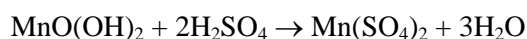
À amostra, adiciona-se sulfato manganoso e, em seguida, iodeto de potássio em meio fortemente alcalino de hidróxido de sódio. O sulfato manganoso reage com o hidróxido de sódio para produzir um precipitado flocoso branco de hidróxido manganoso.



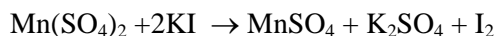
O precipitado de hidróxido manganoso é disperso uniformemente na amostra por agitação do frasco fechado, e o oxigênio dissolvido oxida rapidamente a uma quantidade equivalente de manganês a hidróxidos básicos de estados de oxidação mais altos, de coloração marrom:



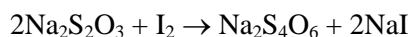
Quando a solução é acidificada, o precipitado se dissolve e forma sulfato mangânico:



que, por sua vez, reage com o iodeto de potássio, liberando I_2 em quantidade equivalente à quantidade original de oxigênio dissolvido na amostra.



O iodo liberado é titulado com solução de tiosulfato de sódio na presença de amido:



A quantidade de oxigênio dissolvido é obtida considerando o volume da alíquota, volume e a concentração de tiosulfato gasto na titulação e a estequiometria das reações.

4.1.1.1 Procedimento

Materiais

- Bureta capacidade 25 mL
- Erlenmeyer 250 mL
- Frasco de OD (boca estreita, tampa esmerilhada, com seco d'água)
- Pipeta graduada 5 mL
- Pipeta volumétrica de 100 mL
- Tubo látex
- Balde plástico 10 litros
- Pêra de borracha
- Picete
- Suporte de bureta

Soluções e reagentes

- Reagente iodeto alcalina-azida
- Solução de sulfato manganoso
- Solução indicadora de amido
- Solução tiosulfato de sódio 0,0250 mol/L
- Ácido sulfúrico concentrado P.A.
- Água destilada

Coleta

Durante a coleta da amostra de água para análise de OD alguns cuidados são essenciais, principalmente quanto à alteração da quantidade de oxigênio presente, seja pela introdução de oxigênio do ar por aeração, ou seja, pela perda de oxigênio para a atmosfera pela elevação da temperatura da amostra.

Procedimento:

1. Coletar uma porção de amostra de água utilizando um balde.
2. Preencher o tubo látex com a própria amostra e vedar as duas extremidades.
3. Colocar uma das extremidades dentro do balde e deixar escoar um pouco da amostra pela outra extremidade.
4. Introduzir a ponta do tubo látex até no fundo do frasco de OD e deixar a amostra vazar evitando formar qualquer bolha.
5. Deixar transbordar duas vezes da capacidade do frasco.
6. Retirar lentamente o tubo látex deixando o frasco completamente preenchido pela amostra.
7. Colocar a tampa no frasco, evitando bolhas.
8. Proceder a análise de OD imediatamente após a coleta.

Análise de OD

1. Fazer ambiente em todas as pipetas com as soluções a serem utilizadas na análise.
2. Retirar a tampa do frasco de OD.
3. Pipetar 2 mL de solução de sulfato manganoso e transferir para o frasco de OD.
4. Pipetar 2 mL de solução de azida sódica e transferir para o frasco de OD.
5. Cuidadosamente, colocar a tampa do frasco, evitando bolhas de ar.

6. Agitar o frasco para homogeneizar o sistema.
7. Deixar em repouso até que o material em suspensão ocupe a metade do frasco
8. Repetir os itens 6 e 7.
9. Enquanto o material em suspensão estiver decantando, fazer ambiente na bureta.
10. Encher a bureta com solução de tiosulfato de sódio 0,0250 mol/L.
11. Pipetar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado e transferir lentamente pela parede interno do frasco.
12. Agitar o frasco para homogeneizar o sistema.
13. Pipetar 100 mL do conteúdo do frasco, e transferir para um erlenmeyer.
14. Zerar a bureta.
15. Titular a amostra até se obter uma coloração amarela palha.
16. Pipetar 2 mL de solução de amido e transferir para o erlenmeyer. A coloração deverá ficar azul.
17. Continuar a titulação até o desaparecer a cor azul.
18. Ler o volume gasto de tiosulfato de sódio 0,025 mol/L na bureta.

Cálculo

A quantidade de oxigênio dissolvido é obtida pela seguinte equação, considerando alíquota de 100 mL:

$$\text{mg/L OD} = M \cdot fc \cdot V \cdot PM \cdot 2,5 = 2 \cdot V \cdot fc$$

onde: M = concentração em mol/L da solução de tiosulfato de sódio (0,0250 mol/L).

V = volume em mL de solução de tiosulfato de sódio 0,0250 mol/L gasto na titulação do iodo liberado.

fc = fator de correção da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0250 mol/L

PM = peso molecular do oxigênio (32 g/mol)

4.1.2. Método eletrométrico

O método eletrométrico para determinação de OD consiste na medição de corrente elétrica devido à redução eletroquímica do oxigênio ($\text{O}_2 \rightarrow \text{OH}^-$) da amostra, que atravessa a membrana da sonda, pela aplicação de uma voltagem entre o cátodo e o ânodo. A corrente elétrica é linearmente proporcional à concentração de oxigênio.

A medição de OD pelo método eletrométrico utiliza um equipamento conhecido como oxímetro (ou medidor de OD), constituído de duas partes: um potenciômetro e uma sonda de OD. Antes das medições, o oxímetro deve ser ajustado (ou calibrado) com um ou dois pontos de ajuste, conforme estabelecido pelo fabricante do equipamento. O ajuste de dois pontos utiliza uma solução de zero % de oxigênio (solução de sulfito de sódio e ácido ascórbico) e 100 % de oxigênio (ar atmosférico). Enquanto o ajuste de um ponto é feito com ar saturado com vapor d'água utilizando um recipiente de calibragem.

O procedimento de ajuste e de medição dependerá da marca e do modelo do equipamento. A seguir será descrito um roteiro simplificado de operação de oxímetro:

1. Ligar o aparelho.
2. Deixar o equipamento ligado durante aproximadamente 10 minutos.
3. Verificar as condições da membrana da sonda.
4. Lavar a sonda de OD com água destilada e enxugar com papel absorvente macio.

5. Ajustar o oxímetro conforme estabelecido pelo fabricante do equipamento (consultar o manual).
6. Proceder a leitura de OD da amostra conforme estabelecido pelo fabricante do equipamento (consultar o manual);
7. Após a leitura da amostra, lavar e enxugar o eletrodo.
8. Guardar o eletrodo conforme especificação do fabricante do equipamento.

Operações de Medições

Nesta parte, serão apresentados detalhadamente os procedimentos de medições de pH, condutividade elétrica e oxigênio dissolvido por marca e modelo do equipamento que são utilizados na operação da Rede.

5.1. Equipamentos WTW

5.1.1. MultiLine P4

pH

Calibragem

1. Conectar o sensor de pH no equipamento.
2. Ligar o aparelho, pressionando a tecla **ON/OFF**.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Pressionar a tecla **pH/mV** as setas até indicar valor de pH no visor.
OBS.: Se no visor aparecer valores em pH ao ligar o aparelho, essa operação não será necessária.
5. Retirar a proteção da ponta do sensor de pH.
6. Lavar o sensor com água destilada.
7. Enxugar o sensor com papel macio.
8. Inserir o sensor de pH na solução tampão **pH 7**.
9. Pressionar a tecla **CAL** até aparecer inscrição do primeiro ponto de calibragem no visor.
10. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Quando o primeiro valor de pH estiver ajustado, a inscrição **AR** parará de piscar e aparecerá a inscrição para o segundo ponto de calibragem no visor.
11. Retirar o sensor da solução **pH 7**.
12. Lavar o sensor com água destilada.
13. Enxugar o sensor com papel macio.
14. Inserir o sensor na solução **pH 4** e pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aguardar até que a inscrição **AR** parar de piscar e aparecer um valor em mV compreendido entre – 50,0 mV e – 62 mV.
15. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. No visor, aparecerá um valor que deverá compreender entre ± 30 mV.
OBS.: Se o aparelho não estiver calibrado adequadamente aparecerá a inscrição **E3** no visor.
16. Pressionar a tecla **pH/mV** para voltar à tela de pH.
17. Pressionar a tecla **ON/OFF**.
18. Lavar o sensor com água destilada.
19. Enxugar o sensor com papel macio.

Leitura de pH

1. Ligar o aparelho (pressionar a tecla **ON/OFF**).
2. Colocar o sensor na amostra.
3. Pressionar a tecla **AR** e em seguida a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar, fazer a leitura de pH da amostra.
4. Anotar o valor de pH e da temperatura na ficha de campo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Enxugar o sensor com papel macio.
7. Colocar a capa protetora da ponta do sensor contendo solução de cloreto de potássio (KCl) 3 M de forma que fique completamente envolvida pela solução.

Condutividade Elétrica

Calibragem

1. Conectar o sensor de condutividade elétrica no painel superior.
2. Ligar o aparelho, pressionando a tecla **ON/OFF**.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio.
6. Pressione a tecla **pH/mV** até aparecer valores em condutividade elétrica.

OBS.: Se no visor aparecer valores em condutividade elétrica ao ligar o aparelho, essa operação não será necessária.

7. Inserir o sensor na solução padrão de condutividade elétrica 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$.
8. Pressionar a tecla **CAL**. Aparecerá a inscrição **CAL** no visor.
9. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aguardar até que a inscrição **AR** no visor parar de piscar.
10. Pressionar a tecla **pH/mV** para voltar à tela de condutividade elétrica.
11. Lavar o sensor com água destilada.
12. Enxugar o sensor com papel macio.

Leitura de condutividade elétrica

1. Ligar o aparelho, pressionando a tecla **ON/OFF**.
2. Colocar o sensor na amostra.
3. Pressionar a tecla **AR** e em seguida a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar, fazer a leitura de condutividade elétrica da amostra.
4. Anotar a condutividade elétrica e a temperatura de referência (T_{REF}).

OBS.: A temperatura de referência do aparelho da WTW MultiLine P4 é **25 °C**. A condutividade elétrica deverá ser convertida para 20 °C pela equipe do escritório.

5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Enxugar o sensor com papel macio.

Oxigênio Dissolvido

Calibragem

1. Conectar o sensor de oxigênio dissolvido no painel superior.
2. Ligar o aparelho.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio. Não deixe gotas de água na membrana.
6. Colocar o sensor no recipiente de calibragem. A espuma no fundo do recipiente deverá estar **SEMPRE** úmida.
7. Selecionar a medida de oxigênio dissolvido em mg/L, pressionando a tecla **pH/mV**.
OBS.: Se no visor aparecer valores de oxigênio dissolvido em mg/L ao ligar o aparelho, essa operação não será necessária.
8. Pressionar a tecla **CAL**.
9. Pressionar a tecla **RUN/ENTER** e aguardar a inscrição **AR** no visor parar de piscar.
OBS.: No visor, indicará um valor entre 0,6 e 1,2, indicando que o aparelho está em condições de uso, caso contrário aparecerá a inscrição **E3**.
10. Selecionar o modo de medida de oxigênio dissolvido, pressionando a tecla **pH/mV**.

Leitura de Oxigênio Dissolvido

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR** e em seguida a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição parar de piscar, fazer a leitura de oxigênio dissolvido da amostra.
3. Anotar na ficha de campo os valores de oxigênio dissolvido e da temperatura.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio.
6. Guardar o sensor no frasco de calibração.

5.1.2. MultiLine P3

pH

Calibragem

1. Conectar o sensor de pH no aparelho.
2. Lavar o sensor com água destilada.
3. Secar o sensor com papel macio.
4. Ligar o aparelho.
5. Manter o aparelho ligado durante 10 minutos.
6. Pressionar a tecla **CAL** até aparecer a inscrição **ct1** (primeira solução de calibragem).
7. Colocar a ponta do sensor na solução tampão **pH 7**.
8. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar aparecerá a inscrição **ct2** (segunda solução de calibragem).
9. Retirar o sensor da solução.
10. Lavar o sensor com água destilada.
11. Secar o sensor com papel macio.

12. Colocar a ponta do sensor na solução tampão **pH 4**.
13. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar aparecerá a um valor que deverá compreender entre -50 a -62 mV/pH.
14. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Um valor aparecerá no visor e deverá compreender entre ± 30 mV.
15. Pressionar a tecla **pH/mV** (modo de medição).
16. Lavar o sensor com água destilada.
17. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de pH de amostras

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR**.
3. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aguardar a estabilização do valor de pH (a inscrição **AR** parará de piscar).
4. Anotar o valor de pH e a temperatura de referência na ficha de campo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Colocar a capa protetora, com solução de KCl 3 M, na ponta do sensor.

Condutividade elétrica

Calibragem

1. Conectar o sensor de condutividade elétrica no aparelho.
2. Lavar o sensor com água destilada.
3. Secar o sensor com papel macio.
4. Ligar o aparelho.
5. Manter o aparelho ligado durante 10 minutos.
6. Colocar a ponta do sensor na solução de condutividade elétrica padrão.
7. Pressionar a tecla **CAL**.
8. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aguardar a inscrição **AR** parar de piscar no visor.
9. Pressionar a tecla **pH/mV** para mudar o modo de medição.
10. Desligar o aparelho.
11. Lavar o sensor com água destilada.
12. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de condutividade elétrica

1. Ligar o aparelho.
2. Colocar o sensor na amostra.
3. Aguardar a estabilização do valor de condutividade elétrica.
4. Anotar o valor de condutividade elétrica e a temperatura de referência na ficha de campo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.

5.1.3. WTW 315i

Considerando as necessidades de operação da Rede Hidrometeorológica, as seguintes condições de operação dos equipamentos devem ser adotadas durante as medições *in loco*:

- Condutividade elétrica:
 - constante de célula: $0,475\text{cm}^{-1}$
 - temperatura de referência: 20°C
 - compensação de temperatura: ativado
 - solução padrão de condutividade elétrica: $1278\ \mu\text{S}/\text{cm}$ a 20°C (ou $1413\ \mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C)

- pH:
 - dois pontos de calibração com as soluções tampões pH 4 e pH 7

- OD:
 - calibração **AR**

Condutividade elétrica

Antes de proceder a calibragem e a medição de condutividade elétrica da amostra, deve-se verificar a constante de célula, a temperatura de referência e a ativação de compensação de temperatura. As condições de operação ficaram armazenadas para operações posteriores, não havendo necessidade de repetir. A seguir serão descritos os procedimentos para ativar as condições de operação.

Selecionar a constante da célula

1. Pressionar a tecla **CAL** repetidamente até que apareça **X CELL**.
2. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**.
3. Pressionar a tecla **CAL** repetidamente até que apareça na última linha do visor a constante da célula desejada. Valores disponíveis: $0,475\ \text{cm}^{-1}$; $0,100\ \text{cm}^{-1}$; $0,875\ \text{cm}^{-1}$.
4. Pressionar a tecla **M** para mudar o modo de medição.

Ativar/desativar a compensação de temperatura TC

1. Pressionar a tecla **CAL** repetidamente até que apareça a indicação **tc**.
2. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**.
3. Pressionar a tecla **CAL** ativar/desativar a compensação de temperatura. Condições disponíveis: compensação não linear de temperatura (**nLF**), sem compensação de temperatura (- - -).
4. Pressionar a tecla **M** para mudar o modo de medição.

Selecionar a temperatura de referência

1. Desligar o instrumento.
2. Mantendo pressionada a tecla M, pressionar a tecla ON/OFF.
3. Mudar a temperatura de referência, pressionando a tecla **CAL**. Valores disponíveis: 25 °C (Tref25) e 20°C (Tref20).
4. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**.
5. Mudar a indicação do valor medido pressionando a tecla **CAL**. Valores disponíveis: condutividade elétrica ($\mu\text{S}/\text{cm}$ e mS/cm) ou resistência específica ($\text{M}\Omega.\text{cm}$).
6. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. O instrumento muda o modo de medição.

Calibragem

1. Conectar o sensor de condutividade elétrica equipamento.
2. Ligar o aparelho.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio.
6. Colocar a ponta do sensor na solução de condutividade elétrica padrão.
7. Pressionar a tecla **CAL** repetidamente até que apareça a inscrição **CELL**.
8. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. No visor, deverá aparecer um valor de condutividade elétrica entre 1272 e 1284 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (para constante de célula $0,475 \text{ cm}^{-1}$).
9. Pressionar a tecla M para mudar o modo de medição.
10. Lavar o sensor com água destilada.
11. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de condutividade elétrica

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR**.
3. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar a leitura da condutividade elétrica pode ser anotada.
4. Anotar o valor de condutividade elétrica e a temperatura de referência na ficha de campo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.

pH

Calibragem

1. Conectar o sensor de pH no equipamento.
2. Ligar o aparelho, pressionando a tecla **ON/OFF**.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Retirar a proteção da ponta do sensor de pH.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Enxugar o sensor com papel macio.

7. Pressionar a tecla **CAL** até que apareça a inscrição **Ct1** (primeiro ponto de calibragem).
8. Colocar o sensor de medição de pH na solução tampão **pH 7**.
9. Pressionar **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de pisar, imediatamente aparecerá a inscrição **Ct2** (segundo ponto de calibragem).
10. Retirar o sensor da solução tampão **pH 7**.
11. Lavar o sensor com água destilada.
12. Secar o sensor com papel macio.
13. Colocar o sensor de pH na solução tampão **pH 4**.
14. Pressionar **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar, imediatamente aparecerá um valor de avaliação estabelecido pelo fabricante do equipamento.
15. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. No visor aparecerá um segundo valor de avaliação estabelecido pelo fabricante do equipamento.
16. Pressionar a tecla **M**.
17. Lavar o sensor com água destilada.
18. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de pH

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR** e em seguida a tecla **RUN/ENTER**.
3. Aguardar a estabilização da medida de pH, que será indicada quando a inscrição **AR** parar de piscar.
4. Anotar o valor de pH na ficha de campo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Colocar a capa protetora, com solução de KCl 3 M, na ponta do sensor.

Oxigênio Dissolvido (OD)

Calibragem

1. Retirar o sensor do recipiente de calibragem.
2. Verificar as condições da ponta do sensor (bolhas, sujeira, etc.).
3. Verificar a esponja do recipiente de calibragem. Caso a esponja esteja seca, umedecê-la com água destilada.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Secar o sensor com papel macio. Colocar o sensor de oxigênio no recipiente de calibragem.
6. Conectar o sensor de oxigênio no instrumento.
7. Ligar o equipamento.
8. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
9. Pressionar a tecla **CAL** até aparecerá a inscrição **CAL** no visor.
10. Pressionar **RUN/ENTER**. A inscrição **AR** começará a piscar.
11. Aguardar a estabilização da calibragem. No visor aparecerá um valor **S** que deverá compreender entre 0,6 e 1,25.
12. Pressionar a tecla **M** para mudar o modo de medição.

Leitura de OD

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR**.
3. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aguardar a estabilização da medida de OD, que será indicada quando a inscrição **AR** parar de piscar.
4. Anotar os valores de OD em mg/L e a temperatura de medição, que aparece no visor na ficha de campo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Guardar o sensor no frasco de calibragem.

5.1.4. WTW – LF330

Condutividade elétrica

Calibragem

1. Conectar o sensor de condutividade elétrica equipamento.
2. Ligar o aparelho, pressionando a tecla **ON/OFF**.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio.
6. Colocar a ponta do sensor na solução de condutividade elétrica padrão 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$;
7. Pressionar a tecla **C**. No visor aparecerá a inscrição **CAL**;
8. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. No visor, a inscrição **AR** piscará até estabilização.
9. Pressionar a tecla **X**.
10. Lavar o sensor com água destilada.
11. Enxugar o sensor com papel macio.

Leitura de condutividade elétrica

1. Colocar a ponta do sensor na amostra.
2. Aguardar estabilizar o valor de condutividade elétrica.
3. Anotar o valor de condutividade elétrica e a temperatura de referência na folha de campo;
4. Lavar a ponta do sensor com água destilada ou deionizada e secar com papel macio.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Enxugar o sensor com papel macio.

pH

Calibragem

1. Conectar o sensor de pH no equipamento.
2. Ligar o aparelho, pressionando a tecla **ON/OFF**.

3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Retirar a proteção da ponta do sensor de pH.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Enxugar o sensor com papel macio.
7. Pressionar a tecla **CAL** até aparecer a inscrição **ASY** no visor;
8. Colocar o sensor na solução tampão **pH 7**.
9. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**.
10. Acertar o valor de pH para 7, pressionando as teclas com as setas.
11. Pressionar a tecla **RUN/ENTER** até aparecer inscrição **SLO** no visor.
12. Lavar o sensor com água destilada.
13. Enxugar o sensor com papel macio.
14. Colocar o sensor na solução tampão **pH 4**.
15. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aparecerá um valor entre -50 a -62 mV/pH mV/pH no visor.
16. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aparecerá um valor entre ± 30 mV no visor.
17. Lavar o sensor com água destilada.
18. Enxugar o sensor com papel macio.

Leitura de pH

1. Colocar a ponta do sensor na amostra.
2. Anotar o valor de pH e a temperatura na folha de campo;
3. Lavar o sensor com água destilada.
4. Enxugar o sensor com papel macio.
5. Colocar a capa protetora, com solução de KCl 3 M, na ponta do sensor.

Oxigênio Dissolvido (OD)

Calibragem

1. Retirar o sensor do recipiente de calibragem.
2. Verificar as condições da ponta do sensor (bolhas, sujeira, etc.).
3. Verificar a esponja do recipiente de calibragem. Caso a esponja esteja seca, umedecê-la com água destilada.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Secar o sensor com papel macio.
6. Colocar o sensor de oxigênio no recipiente de calibragem.
7. Conectar o sensor de oxigênio no instrumento.
8. Ligar o equipamento.
9. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
10. Pressionar a tecla **CALL**.
11. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. A inscrição AR piscará até estabilizar um valor de salinidade que deverá ser compreendido entre 0,6 e 1,2 no visor. Esse intervalo de valor indica que o aparelho está em condições de uso.

12. Pressionar a tecla **O₂** (modo de operação) até aparecer mg/L **O₂** no visor.

Leitura de OD

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Fazendo movimentos circulares com o sensor, aguardar a estabilização do valor de OD.
3. Anotar o valor de OD e a temperatura na folha de campo.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Secar o sensor com papel macio.
6. Guardar o sensor no frasco de calibragem.

5.1.5. WTW – LF 320

Condutividade elétrica

Calibragem

Conectar o sensor de condutividade elétrica equipamento.

1. Ligar o aparelho.
2. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
3. Lavar o sensor com água destilada.
4. Enxugar o sensor com papel macio.
5. Colocar a ponta do sensor na solução de condutividade elétrica padrão 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$;
6. Pressionar a tecla **C**;
OBS.: Se aparecer constante de célula igual a $0,100 \text{ cm}^{-1}$ (valor no centro do visor) pressionar novamente a tecla **C**.
7. Acertar o valor de condutividade elétrica para 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$, pressionando as teclas com as setas;
8. Pressionar a tecla **X** (Modo de medição);
9. Lavar o sensor com água destilada.
10. Enxugar o sensor com papel macio.

Leitura de condutividade elétrica

1. Colocar a ponta do sensor na amostra.
2. Aguardar estabilizar o valor de condutividade elétrica.
3. Anotar o valor de condutividade elétrica e a temperatura de referência na folha de campo.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio.

Oxigênio Dissolvido (OD)

Calibragem

1. Retirar o sensor do recipiente de calibragem.

2. Verificar as condições da ponta do sensor (bolhas, sujeira, etc.).
3. Verificar a esponja do recipiente de calibragem. Caso a esponja esteja seca, umedecê-la com água destilada.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Secar o sensor com papel macio.
6. Colocar o sensor de oxigênio no recipiente de calibragem.
7. Conectar o sensor de oxigênio no instrumento.
8. Ligar o equipamento.
9. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
10. Pressionar **RUN/ENTER**. Um valor entre 0,6 e 1,2, no display, indica que o aparelho está em condições de uso. Aguardar a estabilização do **AR**.
11. Pressione O_2 , escolhendo mg/L de O_2 .

Leitura

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR**.
3. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Aguardar a estabilização da medida de OD, que será indicada quando a inscrição **AR** parar de piscar.
4. Anotar os valores de OD em mg/L e a temperatura de medição, que aparece no visor na ficha de campo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Guardar o sensor no frasco de calibragem.

5.2. Equipamento Digimed

5.2.1 DM-2

pH

Calibragem

1. Conectar o eletrodo no medidor de pH.
2. Ligar o equipamento apertando a tecla **ENTRA**.
3. Lavar o sensor com água destilada.
4. Enxugar o sensor com papel macio.
5. Selecionar a função **pH** (Esta função estará piscando no visor).
6. Pressionar a tecla **ENTRA**.
7. Selecionar a função **LEITURA** (Esta função estará piscando no visor).
8. Pressionar a tecla **ENTRA**.
9. Selecionar a função **CALIBRAR** apertando a tecla **SELEÇÃO** até que essa função pisca no visor.
10. Pressionar a tecla **ENTRA**. No visor, aparecerá a inscrição **Pronto?**.
11. Colocar o sensor na solução tampão pH 7.
12. Pressionar a tecla **ENTRA**.
13. Aguardar a estabilização. Após a estabilização, aparecerão alternadamente as inscrições **Lave o eletrodo e Pronto?**.
14. Lavar o sensor com água destilada.
15. Enxugar o sensor com papel macio.
16. Aparecerá a inscrição **Pronto?** no visor. Pressionar a tecla **ENTRA**. Aparecerá a inscrição **Coloque eletrodo tampão 4,00 e Pronto?** no visor.
17. Colocar o sensor na solução tampão pH 4.
18. Pressionar a tecla **ENTRA**.
19. Aguardar a estabilização. Depois da estabilização, aparecerão alternadamente as inscrições **Vamos a amostra?** e **Pronto?**.
20. Lavar o sensor com água destilada.
21. Enxugar o sensor com papel macio.
22. Colocar o sensor na amostra.
23. Pressionar a tecla **ENTRA**.
24. Aguardar a estabilização da leitura de pH da amostra.
25. Anotar a leitura de pH na folha de campo.
26. Desligar o equipamento, apertando a tecla **ESCAPE** até aparecer no visor a inscrição **Deseja desligar o eqpto?**.
27. Selecionar a função **Sim** apertando a tecla **SELEÇÃO**.
28. Pressionar a tecla **ENTRA**.

Leitura

(Leitura de pH logo após a calibragem)

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **ENTRA**.
3. Aguardar estabilização da leitura de pH. No visor, aparecerá uma seta à esquerda que indicará a estabilização da leitura.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio.
6. Colocar a capa protetora do eletrodo de pH contendo solução de cloreto de potássio (KCl) 3 M.
7. Desligar o equipamento, apertando a tecla **ESCAPE** até aparecer no visor a inscrição **Deseja desligar o eqpto?**.
8. Selecionar a função **Sim** apertando a tecla **SELEÇÃO**.
9. Pressionar a tecla **ENTRA**.

(Leitura de pH a partir do equipamento desligado).

1. Ligar o equipamento apertando a tecla **ENTRA**.
2. Lavar o eletrodo com água destilada e enxugar com papel macio.
3. Selecionar a função **pH** (Esta função estará piscando no visor).
4. Pressionar a tecla **ENTRA**.
5. Selecionar a função **LEITURA** (Esta função estará piscando no visor).
6. Selecionar a função **LEITURA** (Esta função estará piscando no visor).
7. Pressionar a tecla **ENTRA**. Aparecerá a inscrição **Vamos a amostra? e Pronto?**.
8. Colocar o eletrodo na amostra.
9. Pressionar a tecla **ENTRA**.
10. Aguardar a estabilização da leitura de pH. No visor, aparecerá uma seta à esquerda que indicará a estabilização da leitura.
11. Anotar a leitura de pH na ficha de campo.
12. Lavar o eletrodo com água destilada e enxugar com papel macio.
13. Colocar a capa protetora do eletrodo de pH contendo solução de cloreto de potássio (KCl) 3 M.
14. Desligar o equipamento, apertando a tecla **ESCAPE** até aparecer no visor a inscrição **Deseja desligar o eqpto?**.
15. Selecionar a função **Sim** apertando a tecla **SELEÇÃO**.
16. Pressionar a tecla **ENTRA**.

5.2.1 DM-3

Condutividade elétrica

Calibragem

1. Conectar a sonda no aparelho.
2. Lavar a sonda com água destilada e enxugar com papel macio.
3. Ligar o equipamento apertando a tecla **ENTRA**.
4. Selecionar a função **COND.** (Esta função estará piscando no visor).
5. Pressionar a tecla **ENTRA**.
6. Selecionar a função **LEITURA** (Esta função estará piscando no visor).
7. Pressionar a tecla **ENTRA**.
8. Selecionar a função **CALIBRAR** apertando a tecla **SELEÇÃO** até que essa função pisque no visor.
9. Pressionar a tecla **ENTRA**. No visor, aparecerá a inscrição “**Coloque celula na sol. Padrao**” e “**1412 µS/cm Pronto?**”.
10. Colocar a sonda na solução padrão de condutividade elétrica 1412 µS/cm.
11. Pressionar a tecla **ENTRA**.
12. Aguardar a estabilização. Após a estabilização aparecerá a inscrição “**Lave o eletrodo e Pronto?**”.
13. Lavar a sonda com água destilada e enxugar com papel macio.
14. Pressionar a tecla **ENTRA**.
15. Aparecerá no visor a inscrição “**Vamos a mostra Pronto?**”.
16. Lavar a sonda com água destilada e enxugar com papel macio.
17. Colocar a sonda na amostra.
18. Pressionar a tecla **ENTRA**.
19. Aguardar a estabilização da leitura de condutividade elétrica.
20. Anotar a leitura de condutividade elétrica e a temperatura de referência na folha de campo.
21. Desligar o equipamento, apertando a tecla **ESCAPE** até aparecer no visor a inscrição **Deseja desligar o eqpto?**.
22. Selecionar a função **Sim**, apertando a tecla **SELEÇÃO**.
23. Pressionar a tecla **ENTRA**.
24. Lavar a sonda com água destilada e enxugar com papel macio.
25. Colocar a capa protetora da sonda, contendo água destilada.

Leitura de condutividade elétrica das amostras

(Leitura de condutividade elétrica a partir do equipamento desligado).

1. Ligar o equipamento apertando a tecla **ENTRA**.
2. Lavar a sonda com água destilada e enxugar com papel macio.
3. Selecionar a função **COND.** (Esta função estará piscando no visor).
4. Pressionar a tecla **ENTRA**.
5. Selecionar a função **LEITURA** (Esta função estará piscando no visor).
6. Selecionar a função **LEITURA** (Esta função estará piscando no visor).
7. Pressionar a tecla **ENTRA**. Aparecerá a inscrição **Vamos a amostra? e Pronto?**.
8. Colocar a sonda na amostra.
9. Pressionar a tecla **ENTRA**.
10. Aguardar a estabilização da leitura de condutividade elétrica. No visor, aparecerá uma seta à esquerda que indicará a estabilização da leitura.
11. Anotar a leitura de condutividade elétrica e a temperatura de referência na ficha de campo.

12. Desligar o equipamento, apertando a tecla ESCAPE até aparecer no visor a inscrição Deseja desligar o eqpto?.
13. Selecionar a função Sim apertando a tecla SELEÇÃO.
14. Pressionar a tecla ENTRA.
15. Lavar a sonda com água destilada e enxugar com papel macio.
16. Colocar a capa protetora da sonda, contendo água destilada.

5.3. Equipamento SCHOTT

5.3.1. Handylab multi 12

pH

Calibragem

1. Conectar o sensor de pH no equipamento.
2. Conectar o sensor de temperatura.
3. Ligar o aparelho.
4. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
5. Retirar a proteção da ponta do sensor de pH.
6. Lavar o sensor com água destilada.
7. Enxugar o sensor com papel macio.
8. Pressionar a tecla <M> repetidas vezes até que apareça pH (medição de pH).

OBS.: Se no visor aparecer valores em pH ao ligar o aparelho, essa operação não será necessária.

9. Pressionar a tecla **CAL** repetidas vezes até que apareça a inscrição **Ct1** (primeiro ponto de calibragem).
10. Colocar o sensor de medição de pH na solução tampão **pH 7**.
11. Pressionar **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar, imediatamente aparecerá a inscrição **Ct2** (segundo ponto de calibragem).
12. Retirar o sensor da solução tampão **pH 7**.
13. Lavar o sensor com água destilada.
14. Secar o sensor com papel macio.
15. Colocar o sensor de pH na solução tampão **pH 4**.
16. Pressionar **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar, imediatamente aparecerá um valor de avaliação estabelecido pelo fabricante do equipamento.
17. Pressionar a tecla **RUN/ENTER** duas vezes.
18. Pressionar a tecla <M>.
19. Lavar o sensor com água destilada.
20. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de pH

1. Colocar o sensor na amostra.

2. Pressionar a tecla **AR** e em seguida a tecla **RUN/ENTER**.
3. Aguardar a estabilização da medida de pH, que será indicada quando a inscrição **AR** parar de piscar.
4. Anotar o valor de pH na ficha de campo.
5. Desligar o equipamento.
6. Desconectar a sonda do equipamento.
7. Lavar o sensor com água destilada.
8. Secar o sensor com papel macio.
9. Colocar a capa protetora, com solução de KCl 3 M, na ponta do sensor.

Condutividade Elétrica

Calibragem

1. Conectar o sensor de condutividade elétrica no equipamento.
2. Ligar o aparelho.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio.
6. Pressionar a tecla <M> repetidas vezes até que apareça χ (medição de condutividade elétrica).

OBS.: Se no visor aparecer χ ao ligar o aparelho, essa operação não será necessária.

7. Colocar a ponta do sensor na solução de condutividade elétrica padrão.
8. Pressionar a tecla **CAL**.
9. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar o equipamento estará calibrado.
10. Pressionar a tecla <M> para mudar o modo de medição.
11. Lavar o sensor com água destilada.
12. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de condutividade elétrica

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR**.
3. Pressionar a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição **AR** parar de piscar a leitura da condutividade elétrica pode ser anotada.
4. Anotar o valor de condutividade elétrica e a temperatura de referência na ficha de campo.
5. Desligar o equipamento.
6. Desconectar a sonda do equipamento.
7. Lavar o sensor com água destilada.
8. Secar o sensor com papel macio.

Oxigênio Dissolvido

Calibragem

1. Conectar o sensor de oxigênio dissolvido no aparelho.
2. Ligar o aparelho.
3. Deixar o aparelho ligado durante 10 minutos.
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Enxugar o sensor com papel macio. Não deixe gotas de água na membrana.
6. Colocar o sensor no recipiente de calibragem. A espuma no fundo do recipiente deverá estar **SEMPRE** úmida.
7. Pressionar a tecla <M> repetidas vezes até que apareça a indicação O₂ (medição de oxigênio).

OBS.: Se no visor aparecer O₂ ao ligar o aparelho, essa operação não será necessária.

8. Pressionar a tecla **CAL**.
9. Pressionar a tecla **RUN/ENTER** e aguardar a inscrição **AR** no visor parar de piscar.
10. **OBS.:** No visor, indicará um valor entre 0,6 e 1,2, indicando que o aparelho está em condições de uso, caso contrário aparecerá a inscrição **E3**.
11. Pressionar a tecla <M>.

Leitura de Oxigênio Dissolvido

1. Colocar o sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **AR** e em seguida a tecla **RUN/ENTER**. Quando a inscrição parar de piscar, fazer a leitura de oxigênio dissolvido da amostra.
3. Anotar na ficha de campo os valores de oxigênio dissolvido e da temperatura.
4. Desligar o equipamento.
5. Desconectar a sonda do equipamento.
6. Lavar o sensor com água destilada.
7. Enxugar o sensor com papel macio.
8. Guardar o sensor no frasco de calibração.

5.4. Equipamento Corning

5.4.1. CORNING M90

pH

Calibragem

1. Conectar o sensor ao aparelho;
2. Pressionar a tecla **MODE** para ligar o aparelho;
3. Manter o aparelho ligado por aproximadamente 10 minutos;

4. Remover o protetor do bulbo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Retirar o tampão do orifício do sensor (parte superior do sensor);
8. Pressionar a tecla **CAL**. Aparecerá a inscrição **CAL1** no visor.
9. Colocar a ponta do sensor na solução **pH 7**. Aguardar o valor de pH parar de piscar em **7**.
10. Lavar o bulbo com água destilada e secar com papel macio;
11. Pressionar a tecla **CAL**. Aparecerá a inscrição **CAL2** no visor.
12. Colocar a ponta do sensor na solução **pH 4**. Aguardar o valor de pH parar de piscar em **4**.
13. Lavar o sensor com água destilada.
14. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de pH

1. Colocar a ponta do sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **READ**. Aguardar o valor estabilizar.
3. Anotar o valor de pH e a temperatura na folha de campo;
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Secar o sensor com papel macio.
6. Tampar o orifício do sensor.
7. Colocar a capa de proteção com solução de KCl 3 M no bulbo.
8. Desconectar o sensor.

Condutividade Elétrica

Calibragem

1. Conectar o sensor ao aparelho;
2. Pressionar a tecla **MODE** para ligar o aparelho;
3. Manter o aparelho ligado por aproximadamente 10 minutos;
4. Remover o protetor do bulbo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Pressionar a tecla **CAL**. Aparecerá a inscrição **CAL1** no visor e o valor de condutividade elétrica piscando. Aguardar o valor de condutividade elétrica estabilizar em zero;
8. Pressionar a tecla **CAL**.
9. Colocar a ponta do sensor na solução de condutividade elétrica 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Aparecerá a inscrição **CAL2** piscando no visor. Aguardar o valor de condutividade elétrica estabilizar em 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$;
10. Lavar o sensor com água destilada.
11. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de condutividade elétrica

1. Colocar a ponta do sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **READ**. Aguardar o valor estabilizar.
3. Anotar o valor de condutividade elétrica e a temperatura na folha de campo;

4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Secar o sensor com papel macio.
6. Desconectar o sensor.

Oxigênio Dissolvido (OD)

Calibragem

1. Conectar o sensor ao aparelho;
2. Pressionar a tecla **MODE** para ligar o aparelho;
3. Manter o aparelho ligado por aproximadamente 10 minutos;
4. Remover o protetor do bulbo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Pressionar a tecla **CAL**. Aparecerá a inscrição **CAL** no visor.
8. Colocar a ponta do sensor na solução “**zero % oxigênio**”. Aguardar o valor de OD parar de piscar.
9. Lavar o sensor com água destilada.
10. Secar o sensor com papel macio.
11. Pressionar a tecla **CAL**. Aparecerá a inscrição **CAL2** piscando no visor. Aguardar o valor de oxigênio dissolvido estabilizar em 100 % de oxigênio;
12. Lavar o sensor com água destilada.
13. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de oxigênio dissolvido

1. Pressionar a tecla **MODE** para mudar a unidade de medida de % para mg/L.
2. Colocar a ponta do sensor na amostra.
3. Pressionar a tecla **READ**. Aguardar valor estabilizar.
4. Anotar o valor de oxigênio dissolvido e a temperatura na folha de campo;
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Desconectar o sensor.

5.5. Equipamento HANNA

5.5.1. HANNA Hi 8424

pH

Calibragem

1. Conectar o sensor ao aparelho;
2. Ligar o aparelho;
3. Manter o aparelho ligado por aproximadamente 10 minutos;
4. Remover o protetor do bulbo.
5. Lavar o sensor com água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.
7. Colocar a ponta do sensor na solução tampão **pH 7**;
8. Pressionar a tecla **CAL**. Aguardar a inscrição pH parar de piscar.
9. Pressionar a tecla **CON**. Aparecerá piscando **E5** no visor.
10. Lavar o sensor com água destilada.
11. Secar o sensor com papel macio.
12. Colocar a ponta do sensor na solução **pH 4**. Aguardar a inscrição pH parar de piscar.
13. Lavar o sensor com água destilada.
14. Secar o sensor com papel macio.

Leitura de pH

1. Colocar a ponta do sensor na amostra.
2. Pressionar a tecla **READ**. Aguardar o valor estabilizar.
3. Anotar o valor de pH e a temperatura na folha de campo;
4. Lavar o sensor com água destilada.
5. Secar o sensor com papel macio.
6. Colocar a capa de proteção com solução KCl 3M no bulbo do sensor.
7. Desconectar o sensor.




5.5 Mensagens

Nos visores dos equipamentos, aparecem mensagens em códigos que indicam problemas com os sensores, potenciômetro e soluções. A seguir serão apresentadas as mensagens mais frequentes.






Quadro 1. Hanna HI 8424 Medidor de pH

Mensagem	Significado	Possíveis soluções
Err 1	Fora do intervalo na escala de pH	Verificar a calibração Verifique as condições do sensor
Err 2	Fora do intervalo de temperatura	Verifique se a temperatura está fora do intervalo 0 – 100 °C
Err 3	Fora do intervalo em mV	Verifique se a voltagem está entre ± 1999 mV
Err 4	Solução tampão errada Defeito no sensor	Verifique se a solução tampão é pH 7 Substitua o sensor
Err 5	Solução tampão contaminada Defeito no sensor	Substitua a solução tampão Substitua o eletrodo

Quadro 2. CORNING M90

Mensagem	Significado	Possíveis soluções
E1	Fora do intervalo	Verifique as condições do sensor
E2	Fora do intervalo do primeiro de ponto de calibração	Verifique a solução de calibração Verifique as condições do sensor
E3	Fora do intervalo do segundo de ponto de calibração	Verifique a solução de calibração Verifique as condições do sensor
E4	Sensor desconectado	Conectar o sensor
	Baixa carga da bateria	Substituir a bateria
	Baixo "slope" do sensor	Substituir o sensor ou regenera-lo
Δ	Condições de calibração armazenadas na memória	O segundo ponto de calibração não executado ou bateria substituída na calibração anterior
○	Selecionado ponto final manual (medida contínua)	-
	Selecionado ponto final automático	-

Quadro 3. Equipamentos da WTW

Mensagem	Significado	Possíveis soluções
OFL	Sensor pH Não imerso Cabo quebrado Bolhas de ar no bulbo Sensor OD Baixo circuito entre os eletrodos Sensor condutividade Fora do intervalo	Imergir o sensor na solução Substituir o sensor Remover as bolhas Verifique o sensor, se necessário substituir.
E3	Sensor pH Sensor muito antigo Bulbo "sujo" Solução eletrolítica vencida ou contaminada Soluções eletrolíticas vencidas ou contaminadas Procedimento de calibração errado Temperatura não estável Sensor OD Solução eletrolítica exaurida Membrana "suja" Catodo muito oxidado Bolhas na membrana Sensor condutividade Sensor "sujo" Solução de calibração contaminada	Substituir o sensor Limpeza Substituir Substituir Verificar o procedimento no manual e repetir Aguardar a temperatura estabilizar Substituir Limpeza ou substituir Limpeza Retirar as bolhas Limpeza Substituir
E7	Sensor OD Membrana suja Membrana danificada	Limpeza Regenerar ou substituir
LoBat	Baixa carga da bateria	Substituir a bateria
	Calibração em execução	
	Condições do sensor: excelente	
	Condições do sensor: bom	
	Condições do sensor: suficiente	Regenerar ou substituir
	Condições do sensor: ruim	Substituir

Manutenção dos equipamentos

A manutenção dos equipamentos compreende a limpeza dos sensores, a substituição de peças e de soluções de calibração.

6.1 Limpeza diária dos sensores

A limpeza diária dos sensores é feita com água destilada pelas equipes de campo durante o processo de medição.

6.2 Limpeza mensal dos sensores

A limpeza mensal dos sensores poderá ser *química* ou *mecânica*, dependendo do sensor e da necessidade.

6.2.1 Limpeza do sensor de pH

Limpeza química com solução de detergente

A limpeza química com solução de detergente é indicada para remoção de materiais oleosos aderidos nos sensores. A solução de detergente é preparada da seguinte forma: 5 partes de detergente neutro (comercial) com 10 partes de água potável. Essa solução poderá ser armazenada em frasco plástico.

1. Deixar a ponta do sensor submerso na solução de detergente por 20 minutos.
2. Lavar o sensor com água corrente.
3. Lavar o sensor com água destilada.
4. Secar o sensor com papel macio.

Limpeza química com ácido clorídrico 1 molar

A limpeza química do sensor de pH com ácido clorídrico 1 Molar é indicada para sujeiras “mais pesadas” e deverá ser feita quando o equipamento indicar a impossibilidade de calibração do sensor ou quando a limpeza com solução de detergente for insuficiente.

1. Deixar a ponta do sensor submerso na solução de ácido clorídrico 1 Molar por 30 a 60 segundos.
2. Lavar o sensor com água corrente.
3. Lavar o sensor com água destilada.
4. Secar o sensor com papel macio.

OBS.: Caso a solução de ácido clorídrico 1 Molar entre em contato com a pele ou com os olhos, lave a região afetada com água em abundância.

6.2.2 Limpeza do sensor de condutividade elétrica

Limpeza química com solução de detergente

1. Deixar a ponta do sensor submerso na solução de detergente por 20 minutos.
2. Limpar cuidadosamente a parte dos orifícios do sensor com escova, utilizando a solução de detergente.
3. Enxaguar o sensor com água corrente.
4. Enxaguar o sensor com água destilada.
5. Lavar a ponta do sensor com jato d'água destilada.
6. Secar o sensor com papel macio.

6.2.3 Limpeza do sensor de OD

A Figura 4 apresenta um esquema de um sensor de OD. A limpeza mensal do sensor de OD deverá ser feita na membrana, no cátodo e no ânodo. A membrana do sensor de OD é constituída de um material plástico muito frágil, portanto sua limpeza requer cuidados. Após a limpeza da membrana, deverá colocar a solução eletrolítica dentro da capa da membrana.

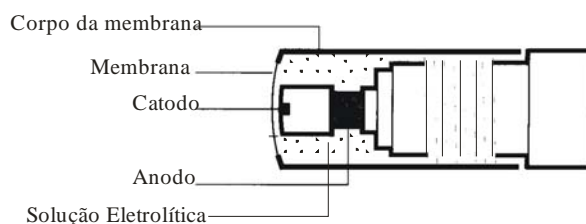


Figura 4. Esquema de um sensor de OD.

Limpeza química da membrana de OD com detergente

1. Desatarraxar a membrana do sensor de OD.
2. Lavar a membrana de OD com água corrente.
3. Deixar a membrana de OD dentro de solução de detergente por 20 minutos.
4. Lavar a membrana de OD com água corrente.
5. Lavar a membrana de OD com água destilada.
6. Colocar solução eletrolítica dentro da capa da membrana de OD de forma que a parte interna umedeça com a solução. Descartar a solução eletrolítica colocada. Este procedimento é conhecido como “fazer ambiente”.
7. Colocar novamente solução eletrolítica dentro da capa da membrana de OD.
8. Atarraxar cuidadosamente a membrana, contendo a solução eletrolítica, no sensor de modo a evitar bolhas.

OBS.: É normal que uma pequena quantidade de solução eletrolítica transborde.

9. Lavar o sensor com jato d'água destilada.
10. Secar o sensor com papel macio.

OBS.: Caso a solução eletrolítica entre em contato com a pele ou com os olhos, lave a região afetada com água corrente em abundância.

Limpeza mecânica do anodo

O ânodo do sensor de OD oxida-se durante o uso contínuo do equipamento. A remoção do material de oxidação pode ser feita com uma pasta fina de areia ou lixa muito fina. A limpeza mecânica do ânodo deve ser praticada preferencialmente que a limpeza química.

1. Desatarraxar a membrana do sensor de OD.
2. Lavar a ponta do sensor de OD (ânodo e cátodo - Figura 4) com água corrente.
1. Friccionar levemente o ânodo (Figura 4) com pasta de areia fina ou uma lixa fina.
3. Lavar a ponta do sensor de OD com água corrente.
4. Lavar a ponta do sensor de OD com água destilada.
5. Secar a ponta do sensor de OD com papel macio.
6. Lavar a membrana de OD com água destilada.
7. Colocar solução eletrolítica dentro da capa da membrana de OD de forma que a parte interna umedeça com a solução.
8. Colocar novamente solução eletrolítica dentro da capa da membrana de OD.
9. Atarraxar cuidadosamente a capa da membrana, contendo a solução eletrolítica, no sensor de modo a evitar bolhas.

OBS.: É normal que uma pequena quantidade de solução eletrolítica transborde.

10. Lavar o sensor com jato d'água destilada.
11. Secar o sensor com papel macio.

OBS.: Caso a solução eletrolítica entre em contato com a pele ou com os olhos, lave a região afetada com água em abundância.

Limpeza química do anodo com solução de hidróxido de amônio 14%

O ânodo do sensor de OD oxida-se durante o uso contínuo do equipamento. A remoção do material de oxidação pode ser feita com solução de cloreto de amônio 14%. A limpeza mecânica do ânodo deve ser praticada preferencialmente que a limpeza química.

1. Desatarraxar a membrana do sensor de OD.
2. Lavar a ponta do sensor de OD (ânodo e cátodo - Figura 4) com água corrente.
3. Colocar a ponta do sensor de OD na solução de hidróxido de amônio 14 % por 2 a 3 minutos.
4. Lavar a ponta do sensor de OD com água corrente.
5. Lavar a ponta do sensor de OD com água destilada.
6. Secar a ponta do sensor de OD com papel macio.
7. Colocar solução eletrolítica dentro da capa da membrana de OD de forma que a parte interna umedeça com a solução.
8. Descartar a solução eletrolítica.
9. Colocar novamente solução eletrolítica dentro da capa da membrana de OD.
10. Atarraxar cuidadosamente a capa da membrana, contendo a solução eletrolítica, no sensor de modo a evitar bolhas.

OBS.: É normal que uma pequena quantidade de solução eletrolítica transborde.

11. Lavar o sensor com jato d'água destilada.
12. Secar o sensor com papel macio.

OBS.: Caso a solução eletrolítica entre em contato com a pele ou com os olhos, lave a região afetada com água em abundância.

6.2.3 Substituição da solução eletrolítica da membrana de OD

É necessário que a membrana do sensor de OD contenha solução eletrolítica.

1. Desatarraxar a capa da membrana do sensor.
2. Descartar a solução eletrolítica da capa da membrana.
3. Lavar da capa da membrana com água corrente.
4. Lavar da capa da membrana com água destilada.
5. Colocar a solução eletrolítica dentro da membrana de modo que umedeça toda a parte interna com a solução. Descartar a solução. Este procedimento é conhecido como “fazer ambiente”.
6. Colocar novamente a solução eletrolítica dentro da membrana.
7. Atarraxar a capa da membrana, contendo a solução eletrolítica, no sensor de modo a evitar bolhas.

OBS.: É normal que uma pequena quantidade de solução eletrolítica transborde.

8. Lavar o sensor com jato d’água destilada.
9. Secar o sensor com papel macio.

OBS.: Caso a solução eletrolítica entre em contato com a pele ou com os olhos, lave a região afetada com água em abundância.

6.2.4 Substituição da membrana do sensor de OD

1. Desatarraxar a capa da membrana do sensor.
2. Descartar a membrana.
3. Providenciar uma membrana nova.
4. Colocar a solução eletrolítica dentro da membrana de modo que umedeça toda a parte interna com a solução. Descartar a solução. Este procedimento é conhecido como “fazer ambiente”.
5. Colocar novamente a solução eletrolítica dentro da membrana.
6. Atarraxar a capa da membrana, contendo a solução eletrolítica, no sensor de modo a evitar bolhas.

OBS.: É normal que uma pequena quantidade de solução eletrolítica transborde.

7. Lavar o sensor com jato d’água destilada.
8. Secar o sensor com papel macio.

OBS.: Caso a solução eletrolítica entre em contato com a pele ou com os olhos, lave a região afetada com água em abundância.

Ficha de campo

A ficha de campo de qualidade de água deverá conter dados da estação e da campanha, resultados das análises executadas e os equipamentos utilizados (marca e modelo).

As metodologias analíticas empregadas são também relevantes de serem mencionadas na ficha de campo. Na operação da Rede são utilizadas as seguintes metodologias analíticas:


- Temperatura da água e do ar: termométrica
- Condutividade elétrica a 20°C: condutivimétrica
- pH: eletrométrica
- OD: eletrométrica ou titulométrica (Winkler modificado com azida)

A ficha de campo deverá ter um campo para especificar a metodologia analítica utilizada na medição de OD; e para a condutividade elétrica a temperatura de referência. Ressalta-se que o banco de dados Hidro é alimentado com condutividade elétrica a 20 °C. Caso o aparelho utilizado não tenha recurso para converter a condutividade elétrica para 20 °C (Corning M90 e Hanna Hi 8424) ou converte apenas para 25 °C (WTW MultiLine P4), utilize a seguinte equação:

$$\text{Condutividade elétrica a } 20\text{ °C} = \frac{\chi_{\text{medida}}}{1 - (0,0208(20 - T))}$$

onde: χ_{medida} = condutividade elétrica medida
T = temperatura de medida da condutividade elétrica.

QUALIDADE DE ÁGUA - PARÂMETROS *IN LOCO*

 Serviço Geológico do Brasil	Estação: _____	
	Código: _____	Tipo: _____
	Curso d'água: _____	Roteiro: _____
	Hidrotécnico: _____	Data: ___ / ___ / ___
	Hidrometrista: _____	Hora: ____ : ____

Condições do tempo: <input type="checkbox"/> Sol <input type="checkbox"/> Nublado <input type="checkbox"/> Chuva
--

Temperatura do ar: _____ °C Temperatura da amostra: _____ °C

Condutividade elétrica: _____ <input type="checkbox"/> μS/cm ou <input type="checkbox"/> mS/cm Temperatura da medida: _____ °C Temperatura de referência: <input type="checkbox"/> 20 °C <input type="checkbox"/> 25 °C* <input type="checkbox"/> não tem* Equipamento: Marca: _____ Modelo: _____ Medido: <input type="checkbox"/> <i>in loco</i> <input type="checkbox"/> Laboratório * Cálculo da condutividade elétrica para 20 °C: Condutividade elétrica a 20 °C: _____ (CALCULADO NO ESCRITÓRIO)

pH: _____ Temperatura da medida: _____ °C Equipamento: Marca _____ Modelo _____ Medido: <input type="checkbox"/> <i>in loco</i> <input type="checkbox"/> Laboratório
--

<input type="checkbox"/> Eletrométrico Oxigênio dissolvido: _____ mg/L Temperatura da medida: _____ °C Equipamento: Marca _____ Modelo _____
<input type="checkbox"/> Químico Volume de tiosulfato: _____ mL Oxigênio dissolvido: _____ mg/L

Cota (cm): _____ Observações:

 Figura 5. Ficha de campo de medição *in loco* de QA.

Banco de dados

Desde 2004, todos os dados da ficha de campo de qualidade das águas das estações operadas pela CPRM/SUREG-BH são arquivadas em base de dados (CPRM, 2007), utilizando o software Access. Os dados de medições dessa base são transferidos para o banco do Hidro. O banco permite proceder à consistência de dados de qualidade das águas (CPRM, 2002; CPRM, 2003; CPRM, 2004; CPRM, 2005) e obter dados estatísticos (média, desvio, valor máximo, valor mínimo) da série histórica da estação. A base de dados está disponível juntamente com este manual em meio magnético.

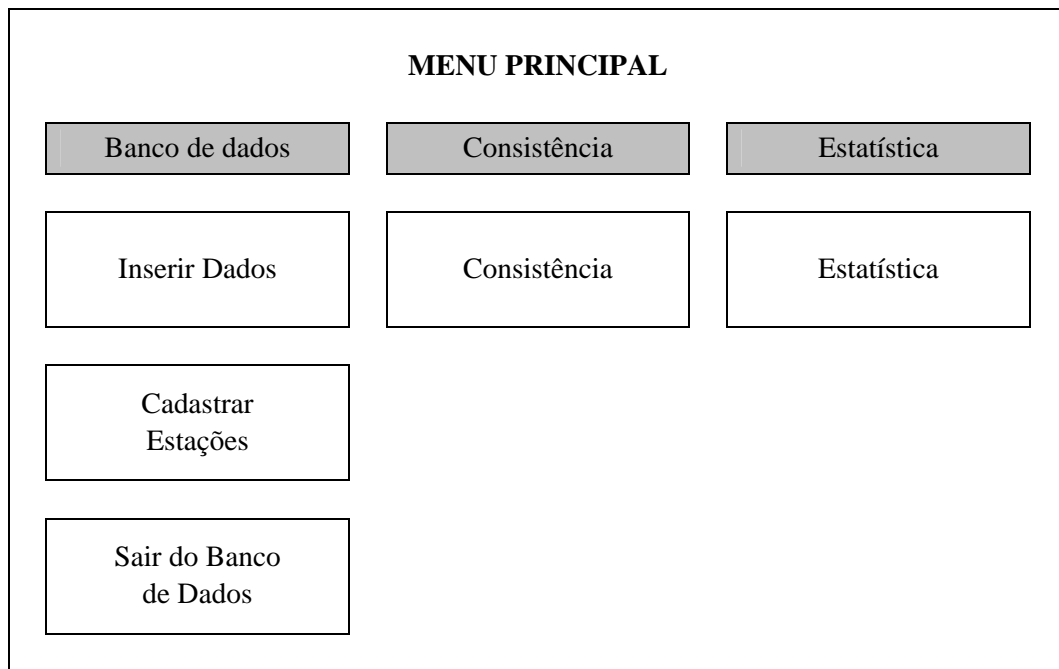


Figura 6. Menu principal do banco de dados de QA.

ENTRADA DE DADOS

Código: <input type="text"/>	Estação: <input type="text"/>	ID: <input type="text"/>
Data: <input type="text"/>	Hora: <input type="text"/>	Equipes: <input type="text"/>

Condições do tempo:	<input type="checkbox"/> Sol	<input type="checkbox"/> Nublado	<input type="checkbox"/> Chuva
---------------------	------------------------------	----------------------------------	--------------------------------

Temperatura do ar (°C): <input type="text"/>	Temperatura da água (°C): <input type="text"/>
--	--

Condutividade elétrica a 20 °C: <input type="text"/>	<input type="checkbox"/> $\mu\text{S/cm}$	<input type="checkbox"/> mS/cm
Temperatura de medição (°C): <input type="text"/>		
Equipamento: Marca: <input type="text"/>	Modelo: <input type="text"/>	
Medido em: <input type="checkbox"/> "in loco"	<input type="checkbox"/> Laboratório	

pH: <input type="text"/>	Temperatura de medição (°C): <input type="text"/>
Equipamento: Marca: <input type="text"/>	Modelo: <input type="text"/>
Medido em: <input type="checkbox"/> "in loco"	<input type="checkbox"/> Laboratório

OD: <input type="text"/>	Temperatura de medição (°C): <input type="text"/>
<input type="checkbox"/> Método Eletrométrico	
Equipamento: Marca: <input type="text"/>	Modelo: <input type="text"/>
<input type="checkbox"/> Método titulométrico:	
Volume do tiosulfato (mL): <input type="text"/>	FC: <input type="text"/>

Cota: <input type="text"/>	
Observações:	<input style="width: 100%; height: 40px;" type="text"/>

Figura 7. Formulário de entrada de dados de QA.

Bibliografia

2510 Conductivity A. Introduction, In: Standard methods for the examination of water and wastewater, 19 ed. Washington: APHA, AWWA, WEF, 1995, P.2-43 – 2-45.

2510 Conductivity B. Laboratory Method, In: Standard methods for the examination of water and wastewater, 19 ed. Washington: APHA, AWWA, WEF, 1995, P.4-45 – 4-46.

2550 B. Laboratory and Field Methods, In: Standard methods for the examination of water and wastewater, 19 ed. Washington: APHA, AWWA, WEF, 1995, P. 2-59.

4500-O C. Azide Modification, In: Standard methods for the examination of water and wastewater, 19 ed. Washington: APHA, AWWA, WEF, 1995, P.4-98 – 4-100.

4500-H+ B. Electrometric Method, In: Standard methods for the examination of water and wastewater, 19 ed. Washington: APHA, AWWA, WEF, 1995, P. 4-65 – 4-69.

CPRM – Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais. Projeto de Operação da Rede Hidrometeorológica da ANA: Análise de Consistência de Dados Sedimentométricos de Qualidade da Água das Sub-bacias 40, 41, 42, 43, 44, 45, 54, 55, 56, 60 e 61. Relatório Técnico: Volume 1: Dados de 1988 a 2000. Belo Horizonte: CPRM/Agência Nacional de Águas. 2002.

CPRM – Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais. Projeto de Operação da Rede Hidrometeorológica da ANA: Análise de Consistência de Dados Sedimentométricos de Qualidade da Água das Sub-bacias 40, 41, 42, 43, 44, 45, 54, 55, 56 e 60. Relatório Técnico: Volume 2: Dados de 2001 e 2002. Belo Horizonte: CPRM/Agência Nacional das Águas. 2003.

CPRM – Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais. Projeto de Operação da Rede Hidrometeorológica da ANA: Análise de Consistência de Dados Sedimentométricos de Qualidade da Água das Sub-bacias 40, 41, 42, 43, 44, 45, 54, 55, 56 e 60. Relatório Técnico: Volume 3: Dados de 2003. Belo Horizonte: CPRM/Agência Nacional das Águas. 2004.

CPRM – Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais. Projeto de Operação da Rede Hidrometeorológica da ANA: Análise de Consistência de Dados Sedimentométricos de Qualidade da Água das Sub-bacias 40, 41, 42, 43, 44, 45, 54, 55, 56, 57 e 60. Relatório Técnico: Volume 4: Estações Q e S: Dados de 2004, Estações F: Dados de 2002 a 2004. Belo Horizonte: CPRM/Agência Nacional das Águas. 2005.

CPRM – Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais. Banco de dados de QA Versão 2: Manual de instruções. Belo Horizonte: CPRM. 2007.

Norma CETESB L.5169: “Tratamento biológico de efluentes. Determinação do oxigênio dissolvido (OD) em água pelo método eletrométrico. Método de ensaio”.

Pöpel, H. J. *Aeration and gas transfer*. 2. Ed. Delft, Delft University of Technology, 1979, 169 p. IN: von Sperling M. Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos: Princípios do tratamento biológico de águas residuárias volume 1, 2ª edição revisada. Belo Horizonte: Departamento de engenharia sanitária e ambiental, Universidade Federal de Minas Gerais, 1996, 243p.

Qasim, S. R. *Wastewater treatment plants: planning, design and operation*. New York: Holt, Rinehart and Winston, 1985. IN: von Sperling M. Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos: Princípios do tratamento biológico de águas residuárias volume 1, 2ª edição revisada. Belo Horizonte: Departamento de engenharia sanitária e ambiental, Universidade Federal de Minas Gerais, 1996, 243p.

SOUZA, H. B. de; DERÍSIO, J. C. Guia técnico de amostras por Helga Bernhard de Souza e José Carlos Derísio. São Paulo: Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental. 1977. 257p. il

STEVENS, H. H. Jr, FICKE, J. F., SMOOT, G.F. 1975. Water temperature-influential factors, field measurement, and data presentation. Virginia: USGS/United States Government printing office, Techniques of Water-Resources Investigations of the U.S. Geological Survey, Book 1 Collection of Water Data by Direct Measurement, Chapter D1. p. 65.

MANUAIS

CORNING. A guide to conductivity and dissolved oxygen: the theory and practice of conductivity and dissolved oxygen measurement. CORNING. 32P.

DIGIMED. Manual de instruções pH DM-2. 27p.

HANNA instruments. Instruction manual: HI 8424 Portable Microprocessor pH meter. 21p.

Schott instrumensts. Instruction manual: handylab multi 12. Mainz, Schott Instruments GmbH, 2004.

WTW. Bediennungsanleitung: pH 315i. WTW, 2001. 42p.

WTW. Bediennungsanleitung: Cond 315i. WTW, 2001. 34p.

WTW. Bediennungsanleitung: Oxi 315i. WTW, 2001. 34p.

WTW. Bediennungsanleitung: Oxi 320/SET Mikroprozessor oximeter. WTW. 55p.

WTW. Bediennungsanleitung: Sauerstoffsensoren Durox 325. WTW. 24p.

WTW. Bediennungsanleitung: LF 320/SET Mikropozessor konduktometer. WTW. 55p.

WTW. Bediennungsanleitung: LF 330/SET, LF 340/SET. WTW. 67p.

WTW. Bediennungsanleitung: Multiline P4 SET. WTW. 108p.

WTW. Bediennungsanleitung: Multiline P3 pH/LF. WTW. 83p.



CPRM – Serviço Geológico do Brasil
Superintendência Regional de Belo Horizonte – SUREG-BH
Gerência de Hidrologia e Gestão Territorial - GEHITE
Laboratório de Sedimentometria e Qualidade das Águas – LSQA

Avenida Brasil, 1731 Bairro Funcionários.
CEP: 30.140-002 Belo Horizonte – Minas Gerais

Superintendência Regional
Tel: (31) 3878 0383 Fax: (31) 3878 03330/0332

GEHITE
Tel: (31) 3878 0335/0336 Fax: (31) 3878 0322

LSQA
Tel: (31) 3878 0387 (31) 3878 0360

Magda Cristina Ferreira Pinto
Química Analista
E-mail: magdac@bh.cprm.gov.br

Denise Lemos Dias
Técnica em Química
E-mail: denise@bh.cprm.gov.br

Sítio: www.cprm.gov.br