



NORMA TÉCNICA

L5.113

Jun/1993
5 PÁGINAS

Determinação de cloreto em águas - método do nitrato mercúrico

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
Avenida Professor Frederico Hermann Jr., 345
Alto de Pinheiros CEP 05459-900 São Paulo SP
Tel.: (11) 3133 3000 Fax.: (11) 3133 3402

<http://www.cetesb.sp.gov.br>

CETESB

**ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE CLORETO
MÉTODO DO NITRATO MERCÚRICO**

L5.113

JUNHO/93

Método de ensaio

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documento complementar
- 3 Aparentagem
- 4 Execução do ensaio
- 5 Resultados

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de cloreto em amostras de águas naturais e de abastecimento.

Nota: Com alguns cuidados, o método pode ser utilizado para efluentes domésticos e industriais.

1.2 Este método se aplica a uma grande faixa de concentração de cloreto, de 0,5 a 5×10^3 mg/L Cl^- , utilizando-se reagente titulante e o volume de amostra apropriados.

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

CETESB - Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água.

3 APARELHAGEM

- 3.1 Funil de vidro borossilicato, 100 mm.
- 3.2 Frasco Erlenmeyer, de vidro borossilicato, 200 mL.
- 3.3 Frasco Erlenmeyer, de vidro borossilicato, 250 mL, com tampa.
- 3.4 Béqueres, de vidro borossilicato, de 1 000 e 2 000 mL.
- 3.5 Provetas, de vidro borossilicato, de 100 e 250 mL.
- 3.6 Pipetas graduadas, de vidro borossilicato, de 5 e 10 mL.
- 3.7 Pipetas volumétricas, de vidro borossilicato, de diversos volumes.

3.8 Balões volumétricos, de vidro borossilicato, de diversos volumes.

3.9 Bureta, classe A, 50 mL.

3.10 Papel de filtro.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Princípio do método

O cloreto é titulado com nitrato mercúrico, formando o composto HgCl_2 (cloreto mercúrico) solúvel, mas pouco dissociado; o excesso de titulante (Hg^{2+}) reage, na faixa de pH de 2,3 a 2,8 com difenil carbazona, formando um complexo de cor roxa.

4.2 Interferentes

4.2.1 Os íons zinco, chumbo, níquel, ferro bivalente e cromo tri valente não interferem na cor do ponto final da titulação quando em concentrações de até 100 mg/L.

4.2.2 Cobre não interfere quando em concentrações de até 50 mg/L.

4.2.3 Cor e turbidez interferem, e podem ser removidas por tratamento preliminar da amostra com hidróxido de alumínio.

4.2.4 Sulfito interfere quando em quantidade superior a 10 mg/L, e pode ser eliminado por oxidação preliminar do mesmo com água oxigenada em meio alcalino.

4.2.5 Cromato e ferro trivalente interferem quando presentes em concentrações superiores a 10 mg/L.

4.2.6 Brometo e iodeto interferem, porque são titulados como cloreto.

4.3 Reagentes

Todos os reagentes devem ser p.a.-A.C.S.

4.3.1 Água oxigenada 30%.

4.3.2 Solução de ácido sulfúrico 1 N.

Adicionar lentamente e com agitação, 30 mL de H_2SO_4 , concentrado, a 750 mL de água destilada e desionizada, e aferir o volume a 1 000 mL.

4.3.3 Solução de ácido nítrico 0,1 N.

Adicionar lentamente e com agitação, 7 mL de HNO_3 , concentrado, a 750 mL de água destilada e desionizada, e aferir o volume a 1 000 mL.

4.3.4 Solução hidróxido de sódio 0,1 N.

Dissolver 4 g de NaOH em água destilada e desionizada, e aferir o volume a 1 000 mL.

4.3.5 Suspensão hidróxido de alumínio

Dissolver 125 g $\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$, ou $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$, em 1 000 mL de água destilada e desionizada. Aquecer a 60°C e adicionar 55 mL NH_4OH , concentrado, lentamente e com agitação. Deixar em repouso por 1 hora, transferir para um béquer de 2 000 mL, lavar o precipitado várias vezes por adição de água destilada e desionizada, misturar a decantação até que a água de lavagem não contenha mais cloreto. Quando preparada recentemente, a suspensão ocupa um volume de aproximadamente 1 000 mL.

4.3.6 Solução padrão de cloreto de sódio 0,0141 N

Dissolver 824,1 mg NaCl, previamente seco a 140°C , em água destilada e desionizada isenta de cloretos e diluir a 1 000 mL em balão volumétrico.

Nota: 1,00 mL = 500 $\mu\text{g Cl}^-$.

4.3.7 Solução nitrato mercúrico 0,0141 N

Dissolver 2,3 g $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, ou 2,5 g $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, em 100 mL de água destilada e desionizada contendo 0,25 mL HNO_3 concentrado. Diluir até bem próximo da marca de 1 000 mL e padronizar.

- Padronização:

Diluir 5 mL de solução de cloreto de sódio 0,0141 N a 100 mL com água destilada e desionizada isenta de cloretos.

Adicionar 0,5 mL de reagente indicador misto e misturar bem. A cor da mistura deverá ser roxa. Adicionar solução de ácido nítrico 0,1 N, gota a gota, até a coloração passar a amarelo.

Titular com a solução de nitrato mercúrico até a primeira coloração roxa permanente. Ajustar a normalidade do titulante e fazer uma padronização final.

Notas: a) Guardar em frasco escuro.

b) 1,00 mL = 500 $\mu\text{g Cl}^-$.

4.3.8 Solução de nitrato mercúrico 0,141 N

Dissolver 25 g $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ em 900 mL de água destilada e desionizada, contendo 5,0 mL HNO_3 concentrado. Diluir até próximo da marca de 1 000 mL.

— Padronização:

Diluir 25 mL de solução de cloreto de sódio 0,0141 N a 50 mL com água destilada e desionizada isenta de cloretos.

Adicionar 0,5 mL de reagente indicador misto e misturar bem. A cor da mistura deve ser roxa. Adicionar solução de ácido nítrico 0,1 N, gota a gota, até a coloração passar a amarelo.

Titular com solução de nitrato mercúrico até a primeira coloração roxa permanente.

Ajustar a normalidade e fazer uma padronização final.

Notas: a) Guardar em frasco escuro.

b) 1,00 mL = 5,00 mg Cl.

4.3.9 Reagente indicador misto

Dissolver 5,0 g difenilcarbazona, e 0,5 g de azul de bromofenol, em 750 mL de etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ou de isopropanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$), e completar o volume a 1 000 mL com álcool.

4.4 Coleta de amostras

As amostras para a determinação de cloreto devem ser coletadas conforme o Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

4.5 Procedimentos Preliminares

4.5.1 Remoção de cor e/ou turbidez

Num frasco Erlenmeyer, colocar 200 mL de amostra, acrescentar 3 mL de suspensão de hidróxido de alumínio (4.3.5), misturar, aguardar a decantação e filtrar.

Nota: Utilizar o volume adequado e prosseguir conforme 4.6.

4.5.2 Oxidação de sulfito

A um volume adequado de amostra (ou de amostra preliminarmente tratada conforme 4.5.1) adicionar solução de hidróxido de sódio (4.3.4) até torná-la alcalina à fenolftaleína, adicionar 0,5-1,0 mL de água oxigenada (4.3.1), agitar e aguardar alguns minutos. Neutralizar com ácido sulfúrico (4.3.2) até pH 7. Prosseguir conforme 4.6, utilizando o volume todo.

4.6 Procedimento de ensaio

4.6.1 Num frasco Erlenmeyer, colocar 50 mL de amostra pré-tratada e ajustar o pH em $2,5 \pm 0,1$.

Nota: Se o ajuste for verificado potenciométricamente, com eletrodo de referência contendo cloreto, determinar a quantidade de ácido ou álcali necessária para o ajuste e descartar a porção. Tratar outra porção com a quantidade de ácido ou álcali determinada, e prosseguir.

4.6.2 Adicionar 10 gotas de reagente indicador misto (4.3.9).

4.6.3 Titular a amostra com solução de nitrato mercúrico 0,141 N (4.3.8) até a primeira coloração roxa permanente.

4.6.4 Efetuar uma prova em branco com água destilada e desionizada.

Notas: a) Repetir o processo com volume menor de amostra diluído a 50 mL, se se consumir mais que 5 mL de titulante, ou seja, se a concentração encontrada for superior a 500 mg/L.

b) Se se consumirem 2,5 mL ou menos de titulante, ou seja se a concentração encontrada for de 250 mg/L ou menor, repetir o processo com solução titulante mais diluída, empregando uma porção de amostra que contenha em torno de 10 mg de cloreto.

5 RESULTADOS

A concentração de cloreto é dada por:

$$\text{mg/L Cl} = \frac{(V_A - V_B) N \times 35\,450}{\text{mL amostra}}$$

Onde:

- V_A = volume de solução de nitrato mercúrico gasto para titular a amostra, em mL (precisão: $\pm 0,05$ mL)
- V_B = volume de solução de nitrato mercúrico gasto para titular a prova em branco, em mL (precisão: $\pm 0,05$ mL)
- N = normalidade da solução de nitrato mercúrico