



# NORMA TÉCNICA

L5.150

Ago/1993  
6 PÁGINAS

Determinação de sílica em águas - método do molibdato de amônio: método de ensaio

**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	<b>ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE SÍLICA - MÉTODO DO MOLIBDATO DE AMÔNIO</b>	L5.150
	Método de ensaio	AGO/93

## SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documento complementar
- 3 Definição
- 4 Aparelhagem
- 5 Execução do ensaio
- 6 Resultados

### 1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de sílica solúvel reativa ao molibdato de amônio em amostras de águas naturais e de abastecimento, e de efluentes domésticos e industriais.

1.2 O presente método se aplica na faixa de concentração de sílica de 0,4 a 25 mg/L, podendo esta faixa ser ampliada, tomando-se porções menores de amostra, concentrando-se a amostra ou variando-se o percurso óptico da cela de absorção empregada.

### 2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

- Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, CETESB, 1988.

### 3 DEFINIÇÃO

Para os efeitos desta Norma é adotada a seguinte definição:

#### Sílica reativa ao molibdato

Porção de sílica da amostra, constituída pelas formas que reagem com molibdato de amônio.

### 4 APARELHAGEM

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

4.2 Proveta plástica, 10 mL.

4.3 Tubos Nessler, de vidro borossilicato, 50 mL.

- 4.4 Cápsula de platina, 100 mL.
- 4.5 Pipetas graduadas, de vidro borossilicato, de diversos volumes.
- 4.6 Chapa de aquecimento.
- 4.7 Banho-maria.
- 4.8 Forno mufla.
- 4.9 Espectrofotômetro, para uso a 410 nm, e celas de absorção de percurso óptico de 1 cm ou maiores.
- 4.10 Papel de filtro para filtração média.

## 5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

### 5.1 Princípio do método

5.1.1 A sílica reativa ao molibdato reage com molibdato de amônio em pH aproximadamente 1,2, com formação de ácido molibdosilícico, de coloração amarela. A intensidade da cor, proporcional à concentração de sílica contida na amostra, é medida em espectrofotômetro a 410 nm.

5.1.2 As formas não reativas são convertidas em formas reativas por digestão prévia da amostra com bicarbonato de sódio.

### 5.2 Interferentes

5.2.1 Vidrarias e reagentes podem contribuir para aumentar o conteúdo de sílica da amostra; por isso, evitar o quanto possível o uso de materiais de vidro, utilizar reagentes de baixo teor de sílica e efetuar prova em branco.

5.2.2 Cor e turbidez interferem e são eliminadas por compensação fotométrica.

5.2.3 Fosfato reage com molibdato de amônio e forma-se o ácido molibdofosfórico; esta interferência é eliminada pela adição de ácido oxálico.

5.2.4 Sulfeto em quantidades elevadas interfere.

### 5.3 Reagentes

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

**5.3.1** Bicarbonato de sódio,  $\text{NaHCO}_3$ , isento de sílica.

**5.3.2** Solução de ácido sulfúrico 1 N.

Adicionar 5 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, lentamente e com agitação, a uma porção de água destilada e desionizada, e aferir o volume a 1000 mL em balão volumétrico.

**5.3.3** Solução de ácido clorídrico.

Adicionar, lentamente e com agitação, 500 mL de HCl concentrado a 500 mL de água destilada e desionizada.

**5.3.4** Solução de ácido oxálico

Dissolver 10 g de  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  em água destilada e desionizada e aferir o volume a 100 mL em balão volumétrico.

**5.3.5** Solução de molibdato de amônio

Dissolver 10 g  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  em água destilada e desionizada, com agitação e ligeiro aquecimento, e aferir o volume a 100 mL. Filtrar, se necessário, e ajustar o pH em 7-8 com solução de NaOH ou  $\text{NH}_4\text{OH}$  isenta de sílica.

Nota: Guardar em frasco plástico.

**5.3.6** Solução-estoque de sílica

**5.3.6.1** Dissolver 4,73 g de metassilicato de sódio nonaidratado,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , em água destilada e desionizada, e diluir a aproximadamente 900 mL. Determinar o teor de sílica de uma pequena porção, e ajustar a solução restante para que contenha 1,000 mg  $\text{SiO}_2/\text{L}$ .

Nota: Guardar em frasco plástico bem fechado.

**5.3.6.2** Determinação do teor de sílica

**5.3.6.2.1** Numa cápsula de platina de 200 mL, colocar 100 mL de solução-estoque e 5 mL de solução de HCl (5.3.3) e evaporar até a secura em banho-maria; durante a evaporação adicionar, aos poucos, mais 10 mL de solução de HCl (5.3.3), em seguida deixar a cápsula em estufa a  $110^\circ\text{C}$  por 30 minutos.

**5.3.6.2.2** Ao resíduo na cápsula, acrescentar 5 mL de solução HCl (5.3.3), aquecer, acrescentar 50 mL de água destilada e desionizada quente, e filtrar a suspensão ainda quente por papel de filtro para filtração média, separando o máximo possível de filtrado, lavar a cápsula e o resíduo com solução de HCl (5.3.3) quente e com um volume mínimo de água, até que as lavagens não contenham mais cloretos.

Nota: Reservar o papel de filtro.

5.3.6.2.3 Evaporar o filtrado e as lavagens até a secura na mesma cápsula e secar o resíduo em estufa a 110°C por 30 minutos; proceder com o novo resíduo conforme a seção anterior, usando um novo papel de filtro.

5.3.6.2.4 Transferir os dois papéis de filtro e resíduos para cápsula de platina coberta, secar a 110°C e fazer a ignição a 1200°C, até massa constante (A).

5.3.6.2.5 Umedecer bem o resíduo com água destilada e desionizada, adicionar quatro gotas de solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50% e 10 mL de HF 48% (medidos em proveta plástica), e evaporar a mistura lentamente até a secura em banho-maria, em capela; fazer a ignição a 1200°C até massa constante (B).

5.3.6.2.6 Cálculo

$$\text{mg/L SiO}_2 = \frac{(A-B) \times 1000}{100}$$

5.3.7 Solução-padrão de sílica

Diluir 10,00 mL da solução-estoque de sílica (5.3.6) a 1000 mL em balão volumétrico, empregando água destilada e desionizada.

Nota: a) 1,00 mL = 10,0 µg SiO<sub>2</sub>.  
b) Guardar em frasco de polietileno.

5.4 Coleta de amostras

As amostras para determinação de sílica são coletadas conforme o Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

5.5 Procedimento

5.5.1 Processamento da amostra

5.5.1.1 Filtrar uma porção de amostra, se necessário, para obter uma amostra isenta de turbidez, empregando papel de filtro para filtração média.

5.5.1.2 Preparar um branco e uma amostra, colocando duas porções de 50 mL (ou alíquotas diluídas a 50 mL) de amostra em duas cápsulas de platina, adicionando a cada uma 200 mg de bicarbonato de sódio (5.3.1) e digerindo as misturas em banho-maria durante 1 hora.

5.5.1.3 Esfriar, adicionar a cada uma 2,4 mL de solução de ácido

sulfúrico (5.3.2), lentamente e com agitação, imediatamente transferir as misturas quantitativamente para dois tubos de Nessler de 50 mL e aferir o volume com água destilada e desionizada.

5.5.1.4 À amostra assim pré-tratada, ou a uma porção de 50 mL de amostra se foi omitida à digestão, adicionar em rápida sequência 1,0 mL de solução de ácido clorídrico (5.3.3) e 2,0 mL de reagente molibdato de amônio (5.3.5), misturar invertendo o tubo pelo menos seis vezes e deixar a mistura em repouso por sete minutos.

5.5.1.5 Em seguida, adicionar 1,5 mL de solução de ácido oxálico (5.3.4) e homogeneizar.

5.5.1.6 Após dois minutos e antes de 15 minutos, medir a intensidade da cor a 410 nm, utilizando o branco como líquido de referência para ajustar o 100% T, 2 a 15 minutos após ter sido tratado também conforme 5.5.1.4 e 5.5.1.5, omitindo a adição do reagente molibdato de amônio.

## 5.5.2 Construção da curva de calibração

5.5.2.1 Preparar soluções-padrão de várias concentrações de sílica, fazendo diluições da solução-padrão (5.3.7) em balão volumétrico, conforme a Tabela.

TABELA - Preparo de soluções-padrão

Concentração de SiO <sub>2</sub> mg/L	Volume de solução 5.3.7 a elevar a 100 mL com água destilada e desionizada, mL
0,0	0,0
0,2	2,0
0,8	8,0
2,0	20,0
5,0	50,0
10,0	100,0

5.5.2.2 Tratar 50 mL de cada uma das soluções-padrão conforme 5.5.1.2 a 5.5.1.5.

5.5.2.3 Após dois minutos e antes de 15 minutos, medir a intensidade da cor das misturas a 410 nm, utilizando água destilada e desionizada para ajustar a transmitância em 100% T.

5.5.2.4 Construir uma curva % transmitância x mg SiO<sub>2</sub> /L, utilizando papel monolog, ou absorvância x mg SiO<sub>2</sub>/L, empregando papel milimetrado. A partir da curva, elaborar uma tabela % transmitância x mg SiO<sub>2</sub>/L ou absorvância x mg SiO<sub>2</sub>/L.

Notas: a) Opcionalmente, pode-se fazer a regressão linear dos pares absorvância x concentração e, a partir da equação, elaborar uma tabela.

b) A curva de calibração vale para um determinado aparelho e deve ser feita nova curva cada vez que forem preparados ou utilizados novos reagentes, ou for feita alguma alteração no aparelho.

## 6 RESULTADOS

A concentração de SiO<sub>2</sub> é dada por:

$$\text{mg/L SiO}_2 = \frac{A \times 50}{\text{mL amostra}}$$

onde:

A = valor correspondente a % transmitância, obtido na Tabela.