



NORMA TÉCNICA

L5.181

Jan/1987
5 PÁGINAS

Águas - determinação de sulfeto - método titulométrico: método de ensaio

Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental

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>

NORMA CETESB	ÁGUAS – DETERMINAÇÃO DE SULFETO MÉTODO TITULOMÉTRICO Método de ensaio	L5.181 JAN/87
-----------------	---	------------------

SUMÁRIO	Pag.
1 Objetivo.....	1
2 Definições.....	1
3 Aparelhagem.....	1
4 Coleta de amostras.....	3
5 Execução do ensaio.....	4
6 Resultados.....	5

1 OBJETIVO

1.1 A presente Norma prescreve o método de determinação de sulfeto total, sulfeto dissolvido e H_2S não ionizado em amostras de águas naturais e de abastecimento, efluentes domésticos e industriais e águas salinas.

1.2 O presente método se aplica para a determinação de sulfeto em concentrações acima de 1 mg/L na ausência de interferentes.

2 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma são adotadas as definições de 2.1 a 2.3.

2.1 Sulfeto total

É a porção do sulfeto constituída pelas porções de H_2S dissolvido, de HS^- dissolvido e de sulfetos metálicos solúveis em ácido presentes na matéria orgânica.

2.2 Sulfeto dissolvido

É a porção de sulfeto que permanece na amostra após remoção do material em suspensão por floculação e sedimentação.

2.3 H_2S não ionizado

É a porção de H_2S da amostra que não está dissociada. Pode ser calculado através da concentração do sulfeto dissolvido, pH da amostra, e a constante prática de ionização do H_2S .

3 APARELHAGEM

3.1 Vidraria, materiais e equipamentos

3.1.1 Frascos para coleta, vidro tipo pyrex, boca estreita, tampa esmerilhada, capacidade de 500 a 1000 mL.

- 3.1.2** Pipetas graduadas classe A, volumes diversos.
- 3.1.3** Pipetas graduadas classe B, volumes diversos.
- 3.1.4** Pipetas volumétricas classe A, volumes diversos.
- 3.1.5** Pipetas volumétricas classe B, volumes diversos.
- 3.1.6** Balões volumétricos classe A, volumes diversos.
- 3.1.7** Balões volumétricos classe B, volumes diversos.
- 3.1.8** Provetas graduadas, vidro tipo pyrex, com tampa de polietileno ou polipropileno, volumes diversos.
- 3.1.9** Erlenmeyers, 250 mL, boca estreita, vidro tipo pyrex.
- 3.1.10** Frasco lavador de gás, com vela porosa grossa, forma alta e junta esmerilhada 22/42, 250 ou 500 mL.
- 3.1.11** Tubo de latex, diâmetro interno de aproximadamente 5 mm.
- 3.1.12** Bureta graduada, vidro tipo pyrex, torneira de teflon, 50 mL.

3.2 Reagentes

3.2.1 Solução de hidróxido de sódio 6 N

Dissolver 240 g NaOH, p.a. ACS, em água destilada e diluir a 1000mL.

3.2.2 Solução de cloreto de alumínio 6 N

Dissolver 100 g de $AlCl_3 \cdot 6H_2O$, p.a. ACS em 144 mL de água destilada. Por ser higroscópico, o conteúdo do frasco deverá ser totalmente utilizado.

3.2.3 Solução de acetato de zinco 2 N

Dissolver 220 g de $Zn (C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$, p.a. ACS, em 870 mL de água destilada. O volume final será 1000 mL.

3.2.4 Solução de ácido clorídrico 6 N (1 + 1)

Adicionar lentamente, 250 mL de HCl concentrado, p.a. ACS, a 250 mL de água destilada.

3.2.5 Solução de tiosulfato de sódio 0,0250 N

Dissolver 6,205 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, p.a. ACS, em água destilada recém-fervida e esfriada. Adicionar 1,5 mL de NaOH 6N ou 0,4 g de NaOH sólido.

Padronização:

Num erlenmeyer colocar 2 g de KI e 100 mL de água destilada. Adicionar 10 mL de solução de ácido sulfúrico (1 + 9) e 20 mL de solução-padrão de dicromato de potássio (1,226 g $K_2Cr_2O_7$ p.a. ACS, seco a 103°C por 2 horas, dissolvidos em água destilada em balão vo

lumétrico de 100 mL).

Deixar a mistura no escuro por 5 minutos e diluir a aproximadamente 400 mL. Titular com a solução de tiosulfato de sódio.

3.2.6 Solução de iodo 0,025 N, padronizada

Dissolver 20 - 25 g de iodeto de potássio, KI, p.a. ACS, em cerca de 100 mL de água destilada e adicionar 3,2 g de iodo, I₂, p.a. ACS. Após dissolução, diluir a 100 mL. Padronizar por titulação com tiosulfato de sódio.

3.2.7 Solução-padrão de sulfeto

Colocar algumas gramas de cristais limpos e levados de sulfeto de sódio, Na₂S.9H₂O, p.a. ACS, em um béquer, adicionar água destilada até cobrir os cristais e agitar.

Diluir 1,00 mL desta solução a 1000 mL, com água destilada. Padronizar com solução de iodo.

3.2.8 Solução indicadora de amido

Preparar uma pasta de 5 g de amido solúvel, p.a. ACS, na quantidade mínima de água destilada e adicioná-la a 800 mL de água destilada fervendo, agitando sempre. Diluir a 1000 mL, deixar ferver por alguns minutos e manter em repouso por uma noite, coberto. Usar o sobrenadante, reservando-o com algumas gotas de tolueno.

3.2.9 Solução de ácido sulfúrico (1 + 9)

Adicionar lentamente 100 mL de H₂SO₄ conc., p.a. ACS, a 900 mL de água destilada.

4 COLETA DE AMOSTRAS

4.1 As amostras para determinação de sulfeto total são coletadas em frasco de vidro, tampa esmerilhada 300 mL, boca estreita, tendo-se o cuidado de não aerar muito a amostra, e o volume necessário é 300 mL (o do frasco cheio).

4.2 As amostras são submetidas ao seguinte tratamento preliminar que, no caso de amostras não analisadas imediatamente, serve de preservação pelo prazo de 7 dias.

- a) adicionar 1 mL de solução de acetato de zinco 2N, tendo o cuidado de imergir a ponta da pipeta no líquido;
- b) acertar o pH entre 6 e 9;
- c) fechar o frasco e agitar por 1 minuto;
- d) deixar em repouso por 30 minutos;
- e) sifonar o sobrenadante, tendo o cuidado de não perder precipitado.

4.3 As amostras para determinação de sulfeto dissolvido são coletadas em frascos de vidro, boca estreita, tampa esmerilhada, 300 mL, tendo-se o cuidado de não aerar muito a amostra; o volume necessário é 300 mL (o do frasco cheio).

4.4 As amostras não analisadas imediatamente são clarificadas no momento da coleta, e o sobrenadante é submetido a tratamento preliminar que, no caso de amostras não analisadas imediatamente, serve de preservação pelo prazo de 7 dias:

a) Clarificação

Adicionar a amostra 0,6 mL de solução de hidróxido de sódio e 0,6 mL de solução de cloreto de alumínio, ou quantidades maiores, porém iguais, para se obter clarificação melhor.

Fechar o frasco e agitar muito bem.

Transferir o sobrenadante clarificado para outro frasco, por sifonação.

b) Tratamento preliminar:

Proceder com o sobrenadante clarificado conforme 4.2.

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípio do método

O sulfeto presente na amostra reage com o iodo em meio ácido sendo oxidado a enxofre.

5.2 Interferentes

5.2.1 Agentes redutores podem interferir no método titulométrico, desde que sejam levados por arraste para o frasco lavador de gases contendo o acetato de zinco, onde é recebido o sulfeto gerado.

5.2.2 Sulfetos insolúveis em meio ácido não são determinados.

5.3 Procedimento

5.3.1 Sulfeto total

5.3.1.1 Pré-tratamento da amostra

a) efetuar o tratamento preliminar da amostra conforme 4.2.

b) Ainda no frasco de coleta, suspender o precipitado obtido num volume conhecido de água destilada, adequado a concentração de sulfeto, que pode ser desde um volume mínimo, para baixas concentrações de sulfeto, até o frasco cheio.

Nota: Em caso de presença de interferentes, lavar o precipitado algumas vezes por sucessivas suspensões em água destilada, decantações e remoções da água, antes de suspendê-lo no volume conhecido de água destilada.

5.3.1.2 Transferir o volume conhecido da suspensão para o frasco lavador de gás (item 3.1.10).

5.3.1.3 Preparar um segundo frasco lavador de gás com 5 mL de acetato de zinco 2 N (item 3.2.3), diluído para 100 mL com água destilada.

5.3.1.4 Conectar o primeiro e o segundo frasco lavador com mangueira latex.

5.3.1.5 Ao primeiro frasco item 5.3.1.2 adicionar 10 mL de H_2SO_4 conc., p.a. ACS, fechar imediatamente e, passar um gás inerte (exemplo: CO_2) através da amostra, por uma hora, para que todo sulfeto formado seja arrastado para o segundo frasco (item 5.3.1.3).

Nota: Não usar oxigênio ou ar comprimido.

5.3.1.6 Após o arraste adicionar à solução de acetato de zinco do segundo frasco (item 5.3.1.3) solução de iodo (item 3.26) em excesso (alíquota de 5,0 mL) o quanto for necessário para reagir com o sulfeto coletado; 1,00 mL de iodo 0,025 N é equivalente a 0,400 mg de sulfeto.

5.3.1.7 Adicionar 5 mL de HCl 6 N(1+1) (item 3.2.4), fechar e agitar. Titular no próprio frasco com tiosulfato de sódio 0,025 N (item 3.2.5), usando solução de amido (item 3.2.8) como indicador.

5.3.1.8 Correr branco e padrões conforme itens 5.3.1.1 a 5.3.1.7.

5.3.2 Sulfeto dissolvido

5.3.2.1 Pré-tratamento da amostra

Proceder com a amostra clarificada como em 5.3.1.1, itens "a" e "b" até 5.3.1.7.

6 RESULTADOS

6.1 Expressão dos resultados.

6.1.1 mg/L sulfeto total como S^{--} = $\frac{(\text{mL sol. iodo} - \text{mL } Na_2S_2O_3, 0,025N) \times 400}{\text{mL da amostra}}$

6.1.2 mg/L sulfeto dissolvido como S^{--} , proceder como para sulfeto total.