

CETESB	DETERMINAÇÃO DE SULFATO EM ÁGUAS MÉTODO TURBIDIMÉTRICO Método de ensaio	L5.191 NOV/92
--------	---	------------------

SUMÁRIO

	Pág.
1 Objetivo	1
2 Documento complementar	1
3 Aparelhagem	1
4 Execução do ensaio	3
5 Resultados	4

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de sulfato, em amostras de águas naturais e de abastecimento, efluentes domésticos e industriais.

1.2 Este método se aplica para a determinação de sulfato em concentrações a partir de 1 mg/L SO_4^{2-} .

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

Guia de coleta e preservação de água da CETESB.

3 APARELHAGEM

3.1 Vidraria, materiais e equipamentos

3.1.1 Frascos Erlenmeyer, capacidade de 300 mL.

3.1.2 Pipetas graduadas, volumes diversos.

3.1.3 Pipetas volumétricas, volumes diversos.

3.1.4 Funil de vidro.

3.1.5 Papel de filtro, filtração rápida.

3.1.6 Tubos de nessler, 100 mL, forma alta.

3.1.7 Relógio marcador de tempo.

3.1.8 Colher de medida, capacidade 0,2 a 0,3 mL.

3.1.9 Agitador magnético. Use um agitador com velocidade constante. É conveniente a incorporação de resistência operando em série com o motor do agitador magnético, para regular a velocidade de agitação. Use barras magnéticas de tamanhos e formas iguais. A velocidade do agitador não é crítica, mas mantenha a mesma velocidade para cada corrida de amostras e padrões e ajuste para prevenir respingos.

3.1.10 Fotômetro: Estão relacionados abaixo na ordem de preferência:

- a) nefelômetro;
- b) espectrofotômetro, para usar em 420 nm, com passo ótico de 2 a 10 cm; e
- c) fotômetro de filtro, equipado com filtro violeta, tendo o máximo de transmitância próxima de 420 nm e passo ótico de 2 a 10 cm.

3.2 Reagentes

Todos os reagentes devem ser p.a. ACS.

3.2.1 Água destilada e desionizada livre de sulfato.

3.2.2 Solução tampão A

Dissolver 30 gramas de cloreto de magnésio ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), 5,0 gramas de acetato de sódio ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$), 1,0 grama de nitrato de potássio (KNO_3) e 20 mL de ácido acético (CH_3COOH 99%) em 500 mL de água destilada e desionizada e diluir a 1 000 mL.

3.2.3 Solução tampão B

(Necessária quando a concentração em SO_4^{2-} da amostra for menor que 10 mg/L).

Dissolver 30,0 gramas de cloreto de magnésio ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), 5,0 gramas de acetato de sódio ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$), 1,0 grama de nitrato de potássio (KNO_3), 0,111 gramas de sulfato de sódio (Na_2SO_4), e 20 mL de ácido acético (CH_3COOH 99%) em 500 mL de água destilada e desionizada e diluir a 1 000 mL.

3.2.4 Cloreto de bário ($BaCl_2$), cristais 20-30 mesh

(Na padronização é produzida uma turbidez uniforme com este tamanho de mesh e o tampão apropriado).

3.2.5 Solução estoque de sulfato (100 mg/L SO_4^{2-})

Dissolver 0,1479 gramas de sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4), em água destilada e desionizada e diluir a 1 000 mL.

$$1,00 \text{ mL} = 100 \text{ } \mu\text{g } SO_4^{2-}$$

3.2.6 Suspensão de hidróxido de alumínio livre de sulfato

Dissolver 345 gramas de cloreto de alumínio ($AlCl_3 \cdot 6H_2O$), em 3 000 mL de água destilada e desionizada a 65°C. Adicionar lentamente e com agitação quantidade suficiente de hidróxido de amônio (NH_4OH), para formar o precipitado de hidróxido de alumínio $Al(OH)_3$.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Princípio do método

O íon sulfato (SO_4^{2-}) é precipitado em meio ácido acético com cloreto de bário (BaCl_2), na forma de cristais de tamanho uniforme de sulfato de bário (BaSO_4). A absorvância de luz da suspensão de sulfato de bário é medida espectrofotometricamente, e a concentração de SO_4^{2-} é determinada pela comparação das leituras com a curva padrão.

4.2 Interferentes

4.2.1 Cor ou material suspenso em grande quantidade poderão interferir, podendo ser removidos por filtração. Se ambos são poucos em comparação com a concentração de SO_4^{2-} corrige-se a interferência como indicado em 4.4.3. Sílica em excesso de 500 mg/L poderá interferir, e águas contendo grande quantidade de material orgânico, poderão não precipitar satisfatoriamente o sulfato de bário (BaSO_4). Em águas potáveis, onde estão presentes outros íons que não SO_4^{2-} , poderão ser formados compostos insolúveis com bário, sob condições fortemente ácidas. Faça a determinação à temperatura ambiente. Variações acima de 10°C não causam erros apreciáveis.

4.3 Coleta de amostras

4.3.1 As amostras para determinação de sulfato são coletadas conforme o GUIA DE COLETA E PRESERVAÇÃO DE ÁGUA, da CETESB.

4.4 Procedimento

4.4.1 Reação com cloreto de bário

Medir 100 mL da amostra ou porções adequadas para 100 mL e transferir para erlenmeyer. Adicionar 20 mL da solução tampão A (3.2.2) ou B (3.2.3) e agitar. Com agitação, adicionar uma colher medida (3.1.8) de cloreto de bário (3.2.4). Agitar por 60 ± 2 segundos, a velocidade constante.

4.4.2 Medida da turbidez de sulfato de bário

Após terminado o tempo de agitação, verter a solução dentro da cela de absorção do fotômetro e medir a turbidez em $5 \pm 0,5$ minutos. Calcular a concentração de SO_4^{2-} da amostra, pela comparação da turbidez lida com a curva de calibração preparada pela corrida de padrões de SO_4^{2-} , de acordo com o procedimento.

4.4.3 Correção para amostras com cor e turbidez

Fazer branco da própria amostra, sem adição de cloreto de bário. Alter

nativamente, tratar 200 mL da amostra com 2 mL de suspensão de hidróxido de alumínio (3.2.6) e filtrar (3.1.5).

4.4.4 Construção da curva-padrão

Preparar solução-padrão de várias concentrações de SO_4^{2-} , fazendo diluições da solução estoque (3.2.5), em balão volumétrico, conforme tabela abaixo:

Tabela - Preparo de soluções-padrão

Concentração de SO_4^{2-} mg/L	Volume de solução (3.2.5) a elevar a 1 000 mL com água destilada e desio nizada
0	0
5	50
10	100
15	150
20	200
25	250
30	300
35	350
40	400

4.4.5 Tratar cada uma destas soluções-padrão conforme os itens 4.4.1 e 4.4.2.

4.4.6 Efetuar uma prova em branco para todas as soluções-padrão, tratando 100 mL de água destilada e desionizada conforme itens 4.4.1 e 4.4.2, para ajustar fotômetro.

4.4.7 Construir uma curva leitura x mg/mL SO_4^{2-} . A partir da curva-padrão, elaborar uma tabela leitura x mg/L SO_4^{2-} .

Nota: 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 (troca de lâmpada, de filtro, etc).

5 RESULTADOS

5.1 Expressão de resultados

$$5.1.1 \text{ mg/L sulfato} = \frac{\text{mg SO}_4 \times 100}{\text{mL amostra}},$$

onde:

mg SO_4 = o valor correspondente à leitura utilizada (obtido na curva de calibração ou tabela).

5.1.2 O resultado é expresso em número inteiro.