

CETESB	ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO MÉTODO DIGESTÃO POR ULTRAVIOLETA Método de ensaio	L5.192 DEZ/89
--------	---	------------------

SUMÁRIO	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Normas e documentos complementares.....	1
3 Definições.....	1
4 Aparelhagem.....	1
5 Execução do ensaio.....	2
6 Resultados.....	4
Anexo A - Esquema de montagem.....	5
Anexo B - Referências bibliográficas.....	6

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação de carbono orgânico, em amostras de água natural e de abastecimento, efluentes domésticos, industriais e água do mar.

2 NORMAS E DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma, é necessário consultar:

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

3 DEFINIÇÕES

3.1 Carbono orgânico total, é todo aquele que é digerível por lâmpada ultravioleta em condições ácidas. O método aplica-se à faixa de 1 a 50 mg/L de C.

3.2 Carbono orgânico dissolvido é todo aquele que após filtração por membrana de 0,45 µm, é digerível por lâmpada ultravioleta em condições ácidas. O método aplica-se à faixa de 1 a 50 mg/L de C.

4 APARELHAGEM

4.1 Vidraria, materiais e equipamento

4.1.1 Frasco Erlenmeyer, vidro borossilicato de 125 mL.

4.1.2 Pipetas volumétricas, diversos volumes.

4.1.3 Balões volumétricos, vidro borossilicato, de diversos volumes.

4.1.4 Frascos Kitassato de 500 mL.

4.1.5 Suporte de filtração a vácuo para membrana de 0,45 μm .

4.1.6 Bomba de vácuo.

4.1.7 Analisador automático CO_2 .

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípio do método.

Para as formas de carbono orgânico total ou dissolvido, a amostra é acidificada para remoção do carbono inorgânico como CO_2 . Uma alíquota da amostra livre de carbonato é reagida com persulfato de potássio e submetido à radiação ultravioleta. O ácido ascórbico é adicionado para reduzir cloro, que é produzido quando amostras salinas são irradiadas com luz ultravioleta. O CO_2 resultante gerado do carbono presente na amostra é dialisado através de uma membrana de silicone e reagido com um indicador fracamente tamponado de fenolftaleína. É uma reação química inversa, onde a diminuição na cor do indicador é proporcional à concentração carbono, medido a 550 nm.

5.2 Reagentes

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

5.2.1 Água destilada livre de CO_2 .

5.2.2 Ácido sulfúrico 1,0 N.

Adicionar cuidadosamente 28 mL de ácido sulfúrico conc., a 800 mL de água destilada (5.2.1). Homogeneizar a solução, esfriar e diluir a 1.000 mL com água destilada (5.2.1).

5.2.3 Solução-tampão.

Em 60 mL de água destilada, adicionar 0,413 g de carbonato mono-hidratado ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) e 0,560 g de bicarbonato de sódio (NaHCO_3). Agitar e diluir a 100 mL em balão volumétrico, com água destilada (5.2.1).

5.2.4 Fenolftaleína 1%.

Adicionar 1,0 g de Fenolftaleína ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) em 80 mL de álcool metílico (CH_3OH) e agitar. Diluir a 100 mL com álcool metílico.

5.2.5 Persulfato de Potássio 2%

Dissolver 20,0 g de persulfato de potássio ($K_2S_2O_8$) em 800 mL de água destilada. Agitar até completa dissolução. Diluir a 1 000 mL com água destilada (5.2.1). Preparar diariamente.

5.2.6 Triton x-100

Adicionar 50 mL de Triton x-100 em balão volumétrico de 100 mL e completar com álcool isopropílico (C_3H_7OH).

5.2.7 Reagente Misto Redutor-Tenso-Ativo

Dissolver 100,0 mg de ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$) em aproximadamente 800 mL de água destilada (5.2.1). Adicionar 10 mL da solução de Triton x-100 (5.2.6). Diluir a 1 000 mL em balão volumétrico, com água destilada (5.2.1). Manter ao abrigo da luz em frasco âmbar.

5.2.8 Reagente de cor

Em um frasco volumétrico de 1 000 mL, contendo 800 mL de água destilada (5.2.1). Adicionar 2 mL de fenolftaleína a 1% (5.2.4) e 15 mL de solução-tampão (5.2.3). Diluir a 1 000 mL com água destilada (5.2.1) e homogeneizar. A esta solução adicionar 0,5 mL de Triton x-100 (5.2.6) e homogeneizar. Manter ao abrigo da luz. Preparar diariamente.

5.2.9 Solução-estoque de carbono

Dissolver 1,0627 g de ftalato ácido de potássio, ($C_8H_5KO_4$) em 80 mL de água destilada. Agitar até dissolver e adicionar 0,5 mL de ácido sulfúrico 1,0N (5.2.2) e diluir a 1 000 mL em balão volumétrico com água destilada (5.2.1) 1 mL = 500 μ g.

5.3 Interferentes

Amostras com altas concentrações de sais dissolvidos, adicionar quantidade equivalentes de sal nos padrões. Amostras com material particulado em suspensão devem ser filtrados em membrana de 0,45 μ m.

5.4 Coleta de amostras

As amostras para a determinação de carbono orgânico são coletadas conforme o Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água da CETESB.

5.5 Procedimento

Em vista da variedade de marcas e modelos de equipamentos para deter

minação de carbono orgânico, é recomendado seguir as instruções para funcionamento e as condições de operação constante do manual que acompanha o instrumento.

5.5.1 Construção da curva-padrão

Preparar soluções-padrão de várias concentrações de carbono orgânico, fazendo diluição da solução-estoque (5.2.9) em balão volumétrico, conforme a Tabela.

TABELA - Diluição da solução-estoque

Conc. Carbono Org. mg/L	mL de solução (5.2.9) a 1.000mL água destilada (5.2.1)
5,0	10
10,0	20
15,0	30
20,0	40
25,0	50
30,0	60
35,0	70
40,0	80
45,0	90
50,0	100

cela = 50 mm

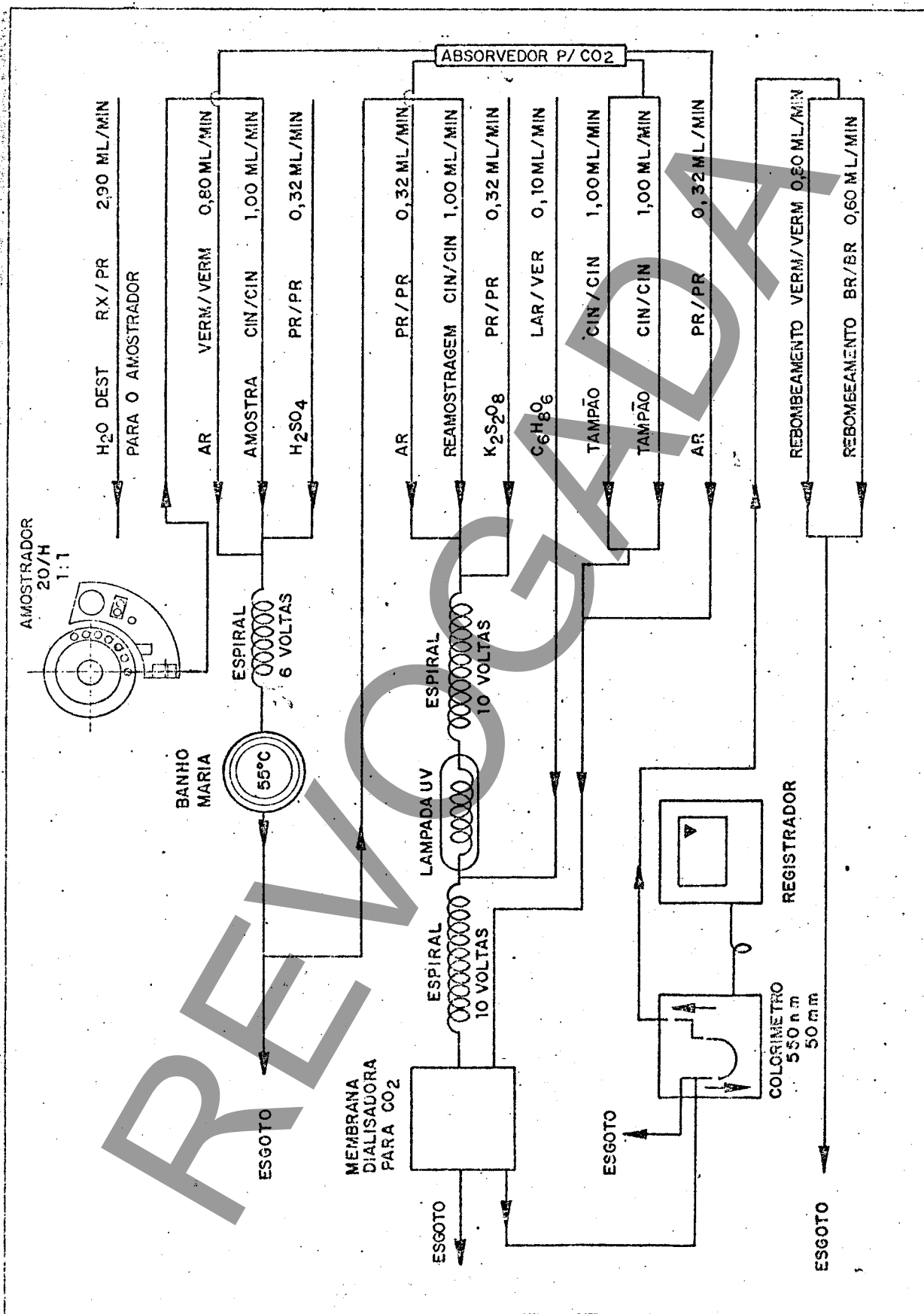
comprimento de onda = 550 μ m

LD = 2,0 mg/LC

6 RESULTADOS

Construir uma curva % transmitância x concentração de C (mg/L de C), utilizando papel monolog. A partir da curva padrão, elaborar uma Tabela relacionada com % transmitância x mg/L de C.

ANEXO A - Gráfico - Esquema de montagem



ANEXO B - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

B-1 Goulden P.D. and Brooksban K.P., Analytical Chemistry, 47.
1943. October 1975.

B-2 Ehrhard, m., Deep Sea Research, 16,393, 1969.

B-3 SKeggs, L.T. and Hochstrasser, H., Clinical Chemistry, 10,918,
1972.

B-4 Diliddo, J. Advances in Automated Analysis, Technicon Interna-
tional Congress, 1976, vol. 2,p. 22 Mediad Inc., Tarrytown, New York.