

CETESB	ÁGUAS - DETERMINAÇÃO DE CROMO HEXAVALENTE MÉTODO DA S-DIFENILCARBAZIDA	L5.118
	Método de ensaio	JAN/94

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Aparelhagem
- 3 Execução do ensaio
- 4 Resultado

1 OBJETIVO

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

1.2 Este método se aplica à determinação de cromo hexavalente em concentrações a partir de 4 µg/L Cr.

2 APARELHAGEM

2.1 Vidraria, materiais e equipamentos

- 2.1.1 Frascos erlenmeyers, 300 mL.
- 2.1.2 Pipeta graduada, 10 mL.
- 2.1.3 Funil.
- 2.1.4 Papel de filtro nº 41 ou similar.
- 2.1.5 Tubos de Nessler, 100 mL.
- 2.1.6 Espectrofotômetro, para uso a 540 nm.
- 2.1.7 Centrífuga.
- 2.1.8 Sistema de filtração a vácuo para utilização de membrana filtrante de 0,45 µm.

2.2 Reagentes

2.2.1 Reagente de S-difenilcarbazida:
Dissolver 250 mg de 1,5 - difenilcarbazida ($C_{13}H_{14}N_4O$) p.a. em 50 mL de acetona ($(CH_3)_2CO$) p.a. Guardar em frasco âmbar.

Nota: Descartar a solução quando começar a descolorir.

2.2.2 Ácido sulfúrico concentrado.

2.2.3 Solução-estoque de cromo:
Dissolver 141,4 mg de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) p.a., em água destilada e desionizada e diluir a 1000 mL.

Nota: 1,00 mL = 50,0 µgCr.

2.2.4 Solução-padrão de cromo:

Diluir 50,0 mL da solução-estoque (2.2.3) a 500 mL com água destilada e desionizada.

Nota: 1,00 mL = 5,00 µgCr.

3 EXECUÇÃO DO ENSAIO

3.1 Princípio do Método

O cromo hexavalente reage com difenilcarbazida produzindo uma cor vermelho-púrpura em meio ácido.

3.2 Interferentes

Durante o desenvolvimento de cor, as seguintes substâncias podem causar interferências: mercúrio I e II produzem uma cor azul ou azul púrpura, mas a reação não é mais sensível a este íon na acidez empregada; ferro acima de 1 mg/L interfere produzindo uma cor amarela com o reagente; vanádio interfere da mesma maneira, mas produzindo uma cor mais acentuada; a cor produzida pelo vanádio desaparece rapidamente e é negligenciável após dez minutos da adição da difenilcarbazida.

3.3 Procedimento

3.3.1 Processamento da amostra.

3.3.1.1 Se a amostra precisar ser clarificada, fazê-lo através de centrifugação, filtração em papel nº 41 ou em membrana 0,45 µm.

3.3.1.2 Tomar 100,0 mL de amostra (ou de amostra centrifugada ou filtrada), ou uma alíquota diluída a 100,0 mL em balão volumétrico, com água destilada e desionizada.

3.3.1.3 Ajustar o pH da amostra para $1,0 \pm 0,3$.

3.3.1.4 Adicionar 2,0 mL do reagente S-difenilcarbazida; agitar vigorosamente.

3.3.1.5 Após dez minutos da adição do reagente, medir a % de transmitância ou absorvância em cela de 10 mm.

3.3.1.6 Efetuar uma prova em branco, tratando 100,0 mL de água destilada e desionizada conforme os itens 3.3.1.1, 3.3.1.4 e 3.3.1.5, utilizando-a para ajustar a transmitância em 100%.

3.3.1.7 Correr padrões com cada lote de amostra para verificar a validade da curva.

3.3.2 Construção da curva padrão.

3.3.2.1 Preparar soluções-padrão de várias concentrações de cromo, fazendo diluições da solução-padrão (2.2.4) em balão volumétrico, conforme a Tabela.

TABELA

Concentração de cromo (mg/L)	Volume de solução 2.2.4 a elevar a 1000 mL com água destilada e desionizada isenta de cromo (mL)
0 (branco)	0
0,010	2
0,050	10
0,100	20
0,150	30
0,200	40
0,250	50
0,300	60
0,350	70

3.3.2.2 Construir uma curva % transmitância X mgCr/L, utilizando papel monolog. A partir da curva padrão, elaborar uma tabela % transmitância X mgCr/L.

- Notas: a) Opcionalmente pode-se fazer a regressão linear dos pares absorvância/concentração e, com a equação obtida, elaborar a 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 realizada alguma alteração no aparelho.

4 RESULTADOS

4.1 Expressão do resultado.

4.1.1 A concentração de cromo hexavalente é dada por:

$$\text{mg/L Cr} = \frac{\text{mg/L Cr (em 102 mL de volume final)} \times 100}{V_{AM}}$$

onde:

mg/L Cr é obtido da curva.
 V_{AM} = volume da amostra, em mL.