

CETESB	ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO - MÉTODO COLORIMÉTRICO-AUTOMÁTICO DO CROMAZUROL-S	L5.195
	Método de ensaio	FEV/92

SUMÁRIO	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Documento complementar.....	1
3 Definições.....	1
4 Aparelhagem.....	1
5 Execução do ensaio.....	2
6 Resultados.....	4
Anexo - Esquema de montagem.....	5

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método para a determinação de alumínio em amostras de águas de abastecimento e águas naturais.

1.2 O presente método se aplica para as amostras com teor de alumínio entre 0,02 e 1,00 mg/L. Para valores superiores a 1,00 mg/L é feita a diluição da amostra.

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

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

3 DEFINIÇÕES

Para o efeito desta Norma são adotadas as definições:

3.1 Alumínio total

É a quantidade total de alumínio presente, nas forma solúvel, ou in solúvel no estado trivalente.

3.2 Alumínio solúvel

É a porção de alumínio presente na amostra após a filtração por membrana de 0,45 µm.

4 APARELHAGEM

4.1 Vidraria, materiais e equipamentos

4.1.1 Frasco Erlenmeyer, vidro borossilicato de 125 mL.

4.1.2 Pipetas volumétricas, diversos volumes.

4.1.3 Balões volumétricos, vidro borossilicato, diversos volumes.

- 4.1.4 Frascos Kitassato de 500 mL.
- 4.1.5 Sistema de filtração a vácuo para membrana de 0,45 μm .
- 4.1.6 Bomba de vácuo.
- 4.1.7 Béqueres de 250 mL.
- 4.1.8 Provetas graduadas, diversos volumes.
- 4.1.9 Vidro de relógio com aproximadamente 11 cm de diâmetro.
- 4.1.10 Pérolas de ebulição.
- 4.1.11 Chapa de aquecimento para evaporação.
- 4.1.12 Analisador automático.
- 4.1.13 Papel de filtro faixa azul ou equivalente.

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípio do método

Para as formas de alumínio total e alumínio solúvel, a amostra é acidificada para dissociação do íon Al^{+3} . Uma alíquota da amostra reage com cromazurol-S formando um complexo de coloração púrpura. A intensidade é mensurável colorimetricamente a 550 nm.

5.2 Interferentes

- 5.2.1 Cor e turbidez em quantidades consideráveis interferem.
- 5.2.2 Quantidade excessiva de matéria orgânica interfere.
- 5.2.3 Íons fluoreto interferem, devido a formação de complexos estáveis com o alumínio.
- 5.2.4 Ortofosfato, polifosfatos, cromo trivalente e detergentes interferem positivamente.

5.3 Reagentes

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

- 5.3.1 Álcool etílico 95%.
- 5.3.2 Ácido clorídrico concentrado, HCl.
- 5.3.3 Ácido sulfúrico 1%.

Adicionar lentamente 10 mL de ácido sulfúrico concentrado, H_2SO_4 , a 800 mL de água destilada ou desionizada (5.3.1). Homogeneizar a solução, esfriar e diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada.

5.3.4 Solução-estoque de cromazurol-s

Dissolver 0,4 g de cromazurol-s, $C_{23}H_{13}Cl_2Na_3O_9S$, em 500 mL de álcool etílico (5.3.1). Após a dissolução, diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada. Manter ao abrigo da luz e sob refrigeração.

5.3.5 Solução de acetato de sódio

Dissolver 150 g de acetato de sódio, $C_2H_3O_2Na$, em 600 mL de água destilada ou desionizada. Após a dissolução, diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada e homogeneizar.

5.3.6 Solução-tampão de acetato de sódio-cromazurol-s

Adicionar 800 mL de solução de acetato de sódio (5.3.5), previamente filtrado em papel de filtro (4.1.13), em balão volumétrico de 1 000 mL. Em seguida, adicionar 200 mL de solução-estoque de cromazurol (5.3.4), e homogeneizar. Manter ao abrigo da luz e sob refrigeração.

5.3.7 Solução-estoque de alumínio (500 mg/L)

Pesar exatamente 0,500 g de alumínio metálico. Transferir para um béquer de 250 mL. Adicionar 10 mL de ácido clorídrico concentrado (5.3.2). Cobrir o béquer com vidro de relógio e aquecer até a dissolução do alumínio, com cuidado de não levar a secura. Esfriar e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1 000 mL e completar o volume com água destilada ou desionizada.

$$1 \text{ mL} = 500 \text{ } \mu\text{g Al}$$

5.3.8 Solução-padrão de alumínio (50 mg/L)

Diluir 50 mL de solução-estoque de alumínio (5.3.7) a 500 mL com água destilada e desionizada em balão volumétrico.

5.4 Coleta de amostra

As amostras para a determinação das várias formas de alumínio 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 a determinação de alumínio, 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 alumínio, fazendo diluições da solução-padrão (5.3.8) em balão volumétrico, confor

me a Tabela:

TABELA - Diluições da solução-padrão

Concentração de Al mg/L	mL da solução (5.3.8) a elevar a 1 000 mL com água destilada e desionizada
0,10	2
0,20	4
0,30	6
0,40	8
0,50	10
0,60	12
0,70	14
0,80	16
0,90	18
1,00	20

cela de fluxo = 10 mm

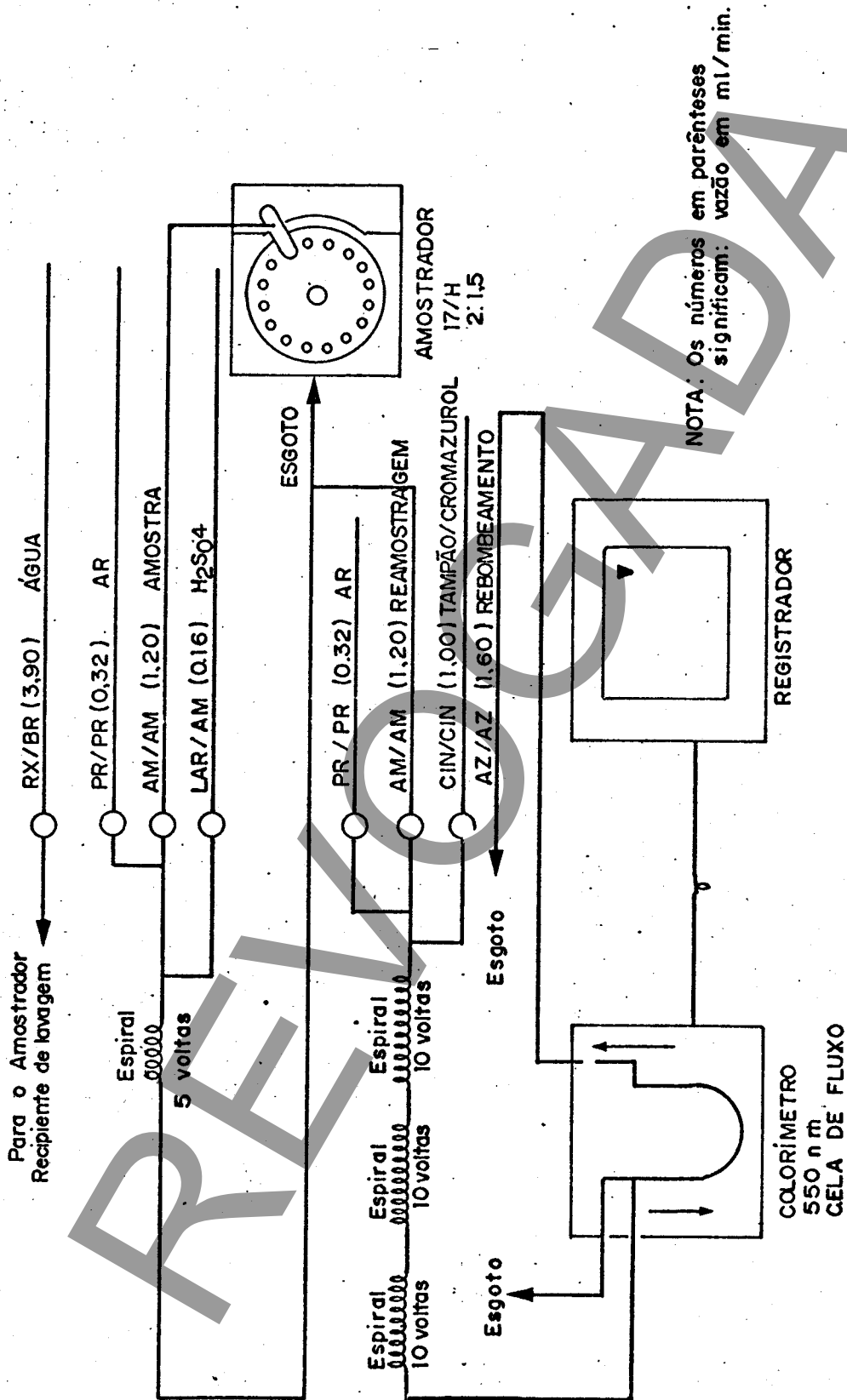
comprimento de onda = 550 nm

6 RESULTADOS

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

/ANEXO

ANEXO - ESQUEMA DE MONTAGEM



ALUMÍNIO EM ÁGUA