



NORMA TÉCNICA

L5.401

Nov/1987
5 PÁGINAS

Água - determinação de boro - método calorimétrico - curcunin:
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	ÁGUA – DETERMINAÇÃO DE BORO MÉTODO COLORIMÉTRICO – CURCUMIN Método de ensaio	L5.401 NOV/87
-----------------	--	------------------

Sumário	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Aparelhagem.....	1
3 Coleta de amostra.....	2
4 Execução do ensaio.....	2
5 Resultados.....	5

1 OBJETIVO

A presente norma prescreve o método de determinação de boro em águas, efluentes domésticos e industriais através do método colorimétrico Curcumin.

2 APARELHAGEM

2.1 Vidraria, materiais e equipamentos

2.1.1 Pipetas volumétricas de Nalgene ou material equivalente, classe A, diversos volumes.

2.1.2 Pipetas volumétricas de Nalgene ou material equivalente, classe B, diversos volumes.

2.1.3 Balões volumétricos de Nalgene ou material equivalente, classe A, diversos volumes.

2.1.4 Balões volumétricos de Nalgene ou material equivalente, classe B, diversos volumes.

2.1.5 Cápsulas de evaporação com capacidade de 100 a 150 mL de Vycor(*), platina ou outro material equivalente.

2.1.6 Papel de filtro quantitativo nº 40.

2.1.7 Funil de Nalgene com 5 cm de diâmetro.

2.1.8 Pissete de polipropileno ou polietileno, capacidade 250 mL.

2.1.9 Banho maria para ser utilizado na temperatura de $55 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

2.1.10 Espectrofotômetro ou fotocolorímetro, para uso em 540 nm com percurso óptico de 1 cm ou maior.

(*) Vycor, fabricada pela Corning Glass Works, ou equivalente.

2.2 Reagentes

2.2.1 Solução estoque de boro

Dissolver 571,6 mg de ácido bórico anidro p.a. ACS, H_3BO_3 , em água destilada e diluir a 1000 mL; 1,00 mL = 100 μ B. Pelo fato do H_3BO_3 perder peso quando seco a 105°C, usar reagente com especificações ACS, como anotado acima, e manter o frasco hermeticamente fechado para prevenir entrada de ar.

2.2.2 Solução padrão de boro

Diluir 10,00 mL da solução estoque de boro (item 2.2.1) a 1000 mL com água destilada; 1,00 mL = 1,00 μ B.

2.2.3 Reagente Curcumin

Dissolver 40 mg de curcumin em pó e 5,0 g de ácido oxálico p.a. ACS, em 80 mL de álcool etílico 95%. Adicionar 4,2 mL de HCl conc. p.a. ACS e completar o volume para 100 mL em balão volumétrico com álcool e etílico 95% (alternativamente usar álcool isopropílico). Esse reagente é estável por alguns dias desde que guardado em geladeira.

2.2.4 Álcool etílico ou isopropílico, 95%

2.2.5 Reagentes para remoção de alta dureza e interferência de cá tions

2.2.5.1 Resina de troca catiônica fortemente ácida.

2.2.5.2 Ácido clorídrico, HCl p.a. ACS.

3 COLETA DE AMOSTRAS

As amostras deverão ser coletadas em frascos de polietileno ou vidro alcali-resistente, livres de boro.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Princípio do método

A água contendo boro é acidificada e evaporada na presença de curcumin, formando a rosocianina de coloração vermelha.

4.2 Interferentes

4.2.1 Concentrações de nitrogênio nitrato acima de 20 mg/L interferem.

4.2.2 Valores mais altos de boro são encontrados quando a dureza total de cálcio e magnésio for maior do que 100 mg/L como carbonato de cálcio ($CaCO_3$). Níveis moderados de dureza também podem causar

considerável porcentagem de erro quando a concentração de boro é baixa. Esta interferência se origina da insolubilidade dos sais causadores de dureza em álcool etílico 95%, isto é, provocam turbidez na solução final. Filtrar a solução final ou passar através de resina de troca catiônica fortemente ácida a amostra original, para remoção dos cátions interferentes. Este último procedimento permite a utilização do método para amostras com altos teores de dureza ou sólidos.

4.2.3 Fosfatos não interferem.

4.3 Procedimento

4.3.1 Precauções

Controlar rigorosamente os volumes e concentrações dos reagentes como também o tempo e a temperatura de secagem. Usar cápsulas de evaporação da mesma forma, tamanho e composição, para manter igual o tempo de evaporação, pois, acréscimo de tempo resultará intensificação da cor final.

4.3.2 Construção da curva de calibração

4.3.2.1 Preparar soluções-padrão de várias concentrações de boro, fazendo diluições da solução de trabalho (item 2.2.2) em balão volumétrico, conforme a tabela abaixo:

TABELA - Preparo de soluções-padrão

Concentração de B em mg/L	Volume da Solução 2.2.2 a elevar para 100 mL com água destilada e desionizada, isenta do boro (mL)
0 (branco)	0
0,050	5
0,100	10
0,250	25
0,500	50
0,750	75

4.3.2.2 Pipetar 1,00 mL das soluções-padrão e branco para uma cápsula de evaporação do mesmo tipo, tamanho e composição:

4.3.2.3 Adicionar 4,0 mL do reagente Curcumin (item 2.2.3) e agitar cuidadosamente até homogeneização.

4.3.2.4 Deixar as cápsulas flutuando em banho-maria à temperatura de $55 \pm 2^{\circ}\text{C}$ por um período de 80 minutos, o qual é suficiente para

a secagem e eliminação do HCl. Utilizar o mesmo tempo para padrões e amostras.

4.3.2.5 Após as cápsulas terem atingido à temperatura ambiente, adicionar 10 mL de álcool etílico 95% (item 2.2.4) a cada cápsula e agitar cuidadosamente com um bastão de polietileno até completa dissolução do produto vermelho formado.

4.3.2.6 Lavar o conteúdo da cápsula para dentro de um balão volumétrico de 25 mL, usando álcool etílico 95% (2.2.4). Elevar a marca com álcool etílico 95% e homogeneizar.

4.3.2.7 Fazer a leitura dos padrões e amostras em % de transmitância ou absorvância utilizando como comprimento de onda 540 nm, após ajustar 100% de transmitância ou zero de absorvância com o branco.

Nota: A curva de calibração é linear de 0,000 a 1,000 mg/L B. Efetuar as leituras após 1 hora da secagem das amostras.

4.3.2.8 Construir uma curva de calibração % T x mg/L B, utilizando papel monolog, e a partir desta curva elaborar uma tabela % T x mg/L B.

Nota: Opcionalmente pode-se fazer a regressão linear dos pares absorvância/concentração, e com a equação obtida elaborar uma tabela.

4.3.3 Tratamento da amostra

4.3.3.1 Para águas contendo de 0,10 a 1,00 mg/L B utilizar 1,00 mL da amostra. Para águas contendo valores acima de 1,00 mg/L B, fazer uma diluição da amostra com água destilada livre de boro e tomar uma alíquota de 1,00 mL contendo aproximadamente 0,5 µg B.

4.3.3.2 Pipetar 1,00 mL da amostra ou da diluição para uma cápsula de evaporação.

4.3.3.3 Preparar um branco e dois padrões de 0,1 mg/L B e 0,9 mg/L B e pipetar 1,00 mL para uma cápsula de evaporação.

4.3.3.4 Proceder conforme itens 4.3.2.3 a 4.3.2.7.

4.3.3.5 Se a solução final estiver turva, filtrar em papel de filtro nº 40.

4.3.4 Remoção de alta dureza e interferência de cátions

4.3.4.1 Preparar uma coluna trocadora de íon de aproximadamente 20 cm x 1,3 cm de diâmetro.

4.3.4.2 Encher a coluna com resina de troca catiônica fortemente ácida. Lavar com água destilada para a remoção de bolhas de ar intersticiais.

Nota: Cuidar para que a água destilada adicionada cubra a resina todas as vezes.

4.3.4.3 Passar 50 mL de HCl 1 + 1 pela coluna na razão de 0,2 mL de ácido/mL de resina/minuto.

4.3.4.4 Lavar a resina com água destilada até torná-la livre do ácido.

4.3.4.5 Pipetar 250 mL da amostra, ou um volume menor diluído se houver alta concentração de boro e passar através da coluna.

4.3.4.6 Ajustar o fluxo para aproximadamente 2 gotas/seg. e coletar o efluente em um balão volumétrico de 50 mL.

4.3.4.7 Lavar a coluna com pequenas porções de água destilada recolhendo no mesmo balão volumétrico, onde foi coletado o efluente da amostra (item 4.3.4.6) até atingir a marca.

4.3.4.8 Homogeneizar e transferir 2,00 mL para a cápsula de evaporação.

4.3.4.9 Proceder conforme itens 4.3.2.3 a 4.3.2.7.

5 RESULTADOS

5.1 Expressão do resultado

5.1.1 A concentração de boro é calculada utilizando-se as leituras de absorvância conforme a equação:

$$\text{mg/L B} = \frac{A_2 \times C}{A_1 \times S}$$

onde:

- A_1 = absorvância do padrão
- A_2 = absorvância da amostra
- C = $\mu\text{g B}$ usado do padrão
- S = mL da amostra.

5.2 Precisão e exatidão

Conforme "Standard Methods for the Examination of Water and Waste water", 16ª edição, uma amostra contendo 240 $\mu\text{g B/L}$, 40 $\mu\text{g As/L}$, 250 $\mu\text{g Be/L}$, 20 $\mu\text{g Se/L}$ e 6 $\mu\text{g V/L}$ em água destilada foi analisada em 30 laboratórios pela método do Curcumin com um desvio padrão relativo de 22,8% e erro relativo de 0%.