

SULFATO DE ALUMÍNIO PARA TRATAMENTO DE ÁGUA

<u>SUMÁRIO</u>	<u>Páginas</u>
1 <i>Objetivo</i>	1
2 <i>Referências</i>	1
3 <i>Condições gerais</i>	1/2
4 <i>Condições específicas</i>	2/3
5 <i>Inspeção</i>	3/5
6 <i>Ensaíos</i>	5/12
7 <i>Relatório</i>	12
8 <i>Aceitação e Rejeição</i>	13

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma fixa as condições exigíveis para sulfato de alumínio utilizado no tratamento de água destinada ao abastecimento público.

2 REFERÊNCIAS

2.1 Na aplicação desta Norma poderá ser necessário consultar as seguintes Normas:

a) ABNT:

- EB-22 - Peneiras para Ensaio;

b) ASTM:

- E11-66 - Standard Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes.

3 CONDIÇÕES GERAIS3.1 Forma de apresentação

O sulfato de alumínio poderá se apresentar sob a forma de agregados, granular ou em solução aquosa.

3.2 Cor

O sulfato de alumínio sob a forma de agregado, granular ou em solução aquosa, apresenta uma cor que varia de um marron muito claro a um marron muito escuro.

"EMENDA Nº 1 (DEZEMBRO/1982)"1) Página 7 - (1ª linha)

onde se lê 0,020 a 0,022 g
deve ser 0,20 a 0,22 g

2) Página 7 - (9ª linha)

onde se lê $\frac{\text{gCaCO}_3 \times 100}{\text{ml EDTA} \times 100,09}$
deve ser $\frac{\text{gCaCO}_3 \times 1000}{\text{ml EDTA} \times 100,09}$

3) Página 9 - (item 6.4.3.2. b)

onde se lê vermelho-roxo
deve ser violeta

3.3 Embalagem

3.3.1 O material sob a forma de agregados deve ser fornecido a granel.

3.3.2 O material sob a forma granular deve ser fornecido em sacos de papel, plástico, ou outro material resistente às operações de manuseio e transporte. Não deve ser permitida utilização de sacos usados.

3.3.2.1 Cada saco deve ser capaz de acondicionar 40 kg a 50 kg de sulfato de alumínio.

3.3.2.2 Cada saco deve apresentar uma identificação com os seguintes caracteres:

- a) conteúdo;
- b) peso líquido;
- c) nome do fabricante.

3.3.3 O material sob a forma de solução, deve ser fornecido em tanques.

3.4 Transporte

3.4.1 O material a ser entregue a granel ou ensacado deve ser transportado por caminhão ou carreta.

3.4.1.1 Durante a operação de transporte deve-se cuidar para que o material não sofra danos nem perdas por intempéries (chuva, vento, etc.).

3.4.2 O material a ser entregue sob a forma de solução aquosa deve ser transportado em caminhões tanques.

3.4.2.1 Estes tanques não devem conferir à solução qualquer substância que possa alterar as características físico-químicas e organolépticas da mesma.

4 CONDIÇÕES ESPECÍFICAS

4.1 Granulometria

4.1.1 O sulfato de alumínio sob a forma granular, deve ter uma granulometria tal que não haja nenhum material retido na peneira de abertura 12,7 mm, e que não mais de 10% passe na peneira de abertura 4,76 mm.

4.2 Composição química

4.2.1 Quanto à composição química, o sulfato de alumínio deve apresentar as características indicadas na Tabela 1 a seguir:

TABELA 1 - Composição química

CARACTERÍSTICAS	SULFATO DE ALUMÍNIO %	
	Sólido	Líquido
Resíduo insolúvel em água, máx.	10	0,1
Alumínio total solúvel como AL_2O_3 , mín.	15	7,5
Ferro total como Fe_2O_3 , máx.	2,5	1
Acidez (Alumínio Livre como AL_2O_3), mín.	0,05	0,02

4.2.2 O sulfato de alumínio não deve conter nenhum mineral ou substância orgânica solúvel em quantidades capazes de produzir efeito nocivo ou prejudicial à saúde pública ou à qualidade da água.

5 INSPEÇÃO

5.1 O inspetor deve ter livre acesso a todas as dependências do local de fabricação do material objeto desta Norma.

NOTA: A amostragem do material para fins de ensaios, poderá ser feita na fábrica ou no local de entrega ficando objeto de acordo prévio entre comprador e fornecedor.

5.2 Amostragem.

5.2.1 Material ensacado.

5.2.1.1 O número de sacos a ser amostrado deve ser tal que atenda ao critério da Tabela 2.

TABELA 2 - Quantidade de sacos amostrados em função do tamanho do lote

Tamanho do lote nº de sacos	Quantidade de sacos amostrados
2 a 15	2
16 a 25	3
26 a 90	5
91 a 150	8
151 a 280	13
281 a 500	20

NOTA: Para lotes maiores do que os tabelados subdividir em lotes de tamanhos existentes na Tabela 2.

5.2.1.2 Os sacos a serem amostrados devem ser escolhidos dispersa e aleatoriamente no lote.

5.2.1.3 Com o auxílio de um "amostrador de núcleo" (tipo meia cana) obter de cada saco amostrado, uma quantidade de sulfato de alumínio, de modo tal a se obter uma amostra total bruta (soma de amostras individuais) de no mínimo 30 kg.

5.2.1.4 A obtenção da amostra individual, de cada saco, deve ser obtida através da inserção do amostrador de núcleo na direção de ambas as diagonais do saco.

5.2.1.5 De cada uma destas diagonais, procurar retirar quantidades aproximadamente iguais.

NOTA 1: Tomar os devidos cuidados para não danificar os sacos durante a obtenção das amostras individuais.

NOTA 2: Os sacos amostrados devem ser devolvidos ao lote.

5.2.1.6 Misturar as amostras de um mesmo lote, manualmente ou com auxílio de uma pá, e em seguida executar sucessivos quarteamentos da mistura obtida, até a obtenção de 4 amostras (quartís) de aproximadamente 0,5 kg cada.

NOTA: Todo material remanescente do processo de quarteamento deve ser devolvido ao lote.

5.2.1.7 A finalidade de cada quartil será:

- a) um, como amostra para o comprador;
- b) um, como amostra para o vendedor;
- c) um, como amostra para o laboratório;
- d) um, como amostra para o laboratório de árbitro.

5.2.1.8 Os ensaios, para fins de aceitação ou rejeição do lote, serão realizados com a amostra para o laboratório.

5.2.1.9 Colocar cada quartil em recipiente limpo e adequado para o manuseio e transporte.

5.2.2 Material a granel.

5.2.2.1 Deve ser obtida uma amostra total de no mínimo 30 kg.

5.2.2.2 No caso em que o lote é representado por uma carga transportada em caminhão ou carreta, coletar amostras com auxílio de uma pá, das proximidades dos 4 cantos respectivos e do centro, numa profundidade correspondente à metade da altura da carga.

5.2.2.3 No caso em que o lote é representado por uma carga amontoada nos recintos do fornecedor, devem ser amostrados um mínimo de 5 pontos distribuídos de forma dispersa e aleatória.

5.2.2.4 As amostras de cada lote devem ser misturadas para formar a amostra total e a seguir quarteada.

5.2.2.5 A finalidade de cada quartil é a mesma citada em 5.2.1.7.

5.2.2.6 Os ensaios devem ser realizados com a amostra para o laboratório.

5.2.3 Material sob a forma de solução aquosa.

5.2.3.1 Quando o material tiver que ser amostrado nos recintos do fornecedor, devem ser tomadas amostras dispersas e aleatórias do tanque de armazenamento a várias profundidades, desde a superfície até o fundo de modo a perfazer uma amostra total de aproximadamente 10 litros.

Contudo é preferível que a amostragem se efetue no caminhão tanque, quando da entrega do material.

5.2.3.2 Homogeneizar manual ou mecanicamente esta amostra total bruta e logo em seguida obter aproximadamente 4 litros da mesma. Este volume deve ser retirado diretamente, quando a amostra for coletada no caminhão tanque.

NOTA: Devolver o volume remanescente ao tanque de armazenamento.

5.2.3.3 Dividir a amostra total bruta, conforme obtida em 5.2.3.1 ou 5.2.3.2 em 4 porções de aproximadamente 1 litro cada. Tais porções, utilizadas como amostras, servirão para os mesmos fins descritos em 5.2.1.7. Tais amostras devem ser acondicionados em recipientes de vidro adequados para o manuseio e transporte.

5.2.4 Identificação das amostras para laboratório: A amostra para laboratório deve ser identificada através dos seguintes dados:

- a) material;
- b) local de coleta;
- c) nº do lote;
- d) ensaios desejados;
- e) nome do coletor por extenso e assinatura;
- f) data da coleta;
- g) nome do fabricante;
- h) tamanho do lote amostrado;
- i) quantidade de amostra;
- j) informações outras que possam ser consideradas de interesse para o laboratório.

6 ENSAIOS

6.1 Granulometria

6.1.1 Aparelhagem

6.1.1.1 Balança analítica com precisão mínima de $\pm 0,5$ mg e capaz de fornecer leituras de 1 mg.

6.1.1.2 Peneiras, respectivamente de 12,7 mm e 4,76 mm de abertura, especificadas pela Especificação Brasileira EB-22 - Peneiras para Ensaio.

NOTA: Atentando às pequenas diferenças, podem ser utilizadas as peneiras previstas pela Norma ASTM "Standard Specification for Wire Cloth Sieves for Testing Purposes".

6.1.1.3 Equipamento próprio para suporte e agitação mecânica.

6.1.2 Amostra para ensaio

6.1.2.1 A amostra de 100 g a ser utilizada para o ensaio deve ser proveniente de um dos quartis obtido segundo as prescrições do item 5.2 desta Norma.

6.1.2.2 Antes da retirada da quantidade do material requerido para o ensaio, o referido quartil deve ser homogeneizado, tomando-se cuidados para evitar quebras dos grãos.

6.1.3 Execução do ensaio

6.1.3.1 Montar o equipamento com as duas peneiras e respectivas tampa e panela.

6.1.3.2 Acionar o aparelho a agitar durante 15 minutos, com agitação moderada para evitar quebras de grãos.

6.1.4 Resultados

6.1.4.1 Calcular os percentuais retidos em cada peneira, com as respectivas quantidades, em gramas e com aproximação de duas casas decimais.

6.2 Resíduo insolúvel em água

6.2.1 Aparelhagem

6.2.1.1 Balança analítica com precisão de $\pm 0,5$ mg e capaz de fornecer leituras de 1 mg.

6.2.1.2 Estufa dotada de termostato e capaz de manter a temperatura num mínimo de $110^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

6.2.1.3 Cadinho Gooch.

6.2.1.4 Papel de filtro G.F.C.

6.2.1.5 Bico de Bunsen, suporte para aquecimento, tela de amianto.

6.2.1.6 Água destilada.

6.2.1.7 Demais vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

6.2.2 Amostra para ensaio

6.2.2.1 A amostra a ser utilizada para o ensaio deve ser proveniente de um dos quartis, obtido segundo as prescrições do item 5.2 da presente Norma.

6.2.2.2 Antes da retirada da quantidade de material requerida para o ensaio, o referido quartil deve ser homogeneizado, manual ou mecanicamente.

6.2.2.3 Da amostra homogeneizada, obter 2 g no caso da amostra ser de material sólido. No caso de material em solução, obter 40 g.

6.2.3 Execução do ensaio

6.2.3.1 Dissolver a porção de material para ensaio em 100 ml de água destilada quente e digerir em banho de vapor durante 5 minutos.

6.2.3.2 Filtrar a quente em cadinho Gooch com papel de filtro. O cadinho deve ser previamente tarado.

6.2.3.3 Lavar com água destilada quente até ausência de sulfato no filtrado.

6.2.3.4 Secar entre 100 e 110°C por duas horas e pesar até um valor constante.

6.2.4 Resultados

6.2.4.1 Calcular a porcentagem de resíduo insolúvel com o emprego da seguinte fórmula:

$$\% \text{ resíduo insolúvel} = \frac{\text{peso do material insolúvel} \times 100}{\text{peso da amostra}}$$

6.3 Alumínio total solúvel

6.3.1 Aparelhagem e reagentes

6.3.1.1 Balança analítica com precisão de $\pm 0,5$ mg e capaz de fornecer leituras de 1 mg.

6.3.1.2 Estufa dotada de termostato e capaz de manter a temperatura, no mínimo de 300°C ± 2 °C.

6.3.1.3 Bico de Bunsen, tela de amianto.

6.3.1.4 Erlenmeyer de 250 ml, bureta titulométrica graduada.

6.3.1.5 Demais vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

6.3.1.6 Solução padrão de EDTA 0,05 M, preparada da seguinte forma:

Dissolver 18,61 g de EDTA (sal sódico) em água. Diluir esta solução a 1 litro, agitar e padronizar com carbonato de cálcio, da seguinte maneira:

Secar 0,2 a 0,3 g de carbonato de cálcio a 285°C ± 2 °C por 2 horas. Esfriar à temperatura ambiente por 2 horas.

Colocar 0,020 a 0,022 g deste carbonato num bēquer de 400 ml e adicionar 10 ml de água destilada e misturar. Cobrir o bēquer com vidro de relógio e pipetar 2 ml de ácido clorídrico 1:3. Evitar a projeção de materiais, em virtude da efervescência. Lavar o bēquer e o vidro de relógio, com água destilada e completar o volume a aproximadamente 100 ml.

Com agitação, adicionar com auxílio de uma bureta, 34 a 35 ml da solução de EDTA. Juntar 14 a 15 ml de hidróxido de sódio 1N e 0,3 g de azul de hidróxi-naftol. Titular com solução de EDTA até ponto final caracterizado por um nítido azul.

A molaridade (M) da solução de EDTA será dada pela fórmula:

$$M = \frac{g \cdot \text{CaCO}_3 \times 100}{\text{ml EDTA} \times 100,09}$$

6.3.1.7 Solução padrão de sulfato de zinco, preparada da seguinte maneira:

Dissolver 15 g de sulfato de zinco hepta-hidratado em água destilada, diluir a 1 litro, misturar e determinar o fator F como se segue:

Transferir 25 ml de solução padrão de EDTA para um becker de 250 ml; adicionar 75 ml de solução tampão alcoólica.

Adicionar indicador ditizona. Em seguida, gôta a gôta, adicionar solução de ácido sulfúrico 1:1 e mantendo a solução do bêquer em agitação, ajustar até cor azul.

Titular até ponto final, com a solução de sulfato de zinco preparada.

$$F = \frac{\text{ml EDTA}}{\text{ml ZnSO}_4}$$

6.3.1.8 Solução tampão alcoólica, preparada da seguinte maneira:

Dissolver 77,1 g de acetato de amônia em água destilada. Adicionar 57 ml de ácido acético glacial. Diluir a 1 litro e misturar. Adicionar 2 litros de álcool isopropílico e misturar.

6.3.1.9 Pó indicador de ditizona, preparado da seguinte maneira:

Triturar em almofariz de vidro 0,1 g de ditizona com 60 g de cloreto de sódio.

6.3.2 Amostra para ensaio

6.3.2.1 A amostra a ser utilizada para o ensaio deve ser proveniente de um quartil obtido segundo as prescrições do item 5.2 da presente Norma.

6.3.2.2 Antes da retirada da quantidade de material requerido para o ensaio, o referido quartil deve ser homogeneizado, manual ou mecanicamente.

6.3.2.3 Da amostra homogeneizada, obter 0,1 g, no caso da amostra ser de material sólido. No caso do material em solução obter 0,3 g.

6.3.3 Execução do ensaio

6.3.3.1 Colocar a porção do material para ensaio, num Erlenmeyer de 250 ml.

6.3.3.2 Juntar à mesma, 10 ml de EDTA 0,05 M lavando as paredes do Erlenmeyer com os primeiros ml. Juntar algumas gotas de ácido sulfúrico 1:1 e aquecer brandamente até ligeira fervura.

6.3.3.3 Retirar do aquecimento, esfriar até temperatura ambiente, e com agitação juntar vagarosamente 20 ml de solução tampão alcoólica.

6.3.3.4 Deixar esfriar, adicionar 0,2 g de indicador ditizona em pó e dissolver por agitação.

Titular cuidadosamente o excesso de EDTA, com solução padrão de sulfato de zinco 0,05 M até viragem do azul para o vermelho.

6.3.4 Resultados

6.3.4.1 A porcentagem de alumina total é dada pela seguinte fórmula:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ total} = \% \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{compostos de Fe} - [(\% \text{FeO} \times 0,71) + (\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \times 0,638)]$$

sendo que:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{compostos de Fe} = \frac{[(\text{ml EDTA}) - (\text{ml ZnSO}_4 \times F)] \times M \times 5,089}{\text{g de amostra}}$$

NOTA: As determinações de FeO e Fe₂O₃ são descritas no item 6.4.

6.4 Ferro total (em Fe₂O₃) e ferro ferroso (em FeO)

6.4.1 Aparelhagem e reagentes

6.4.1.1 Balança analítica com precisão de ± 0,5 mg e capaz de fornecer leituras de 1 mg.

6.4.1.2 Bico de Bunsen, suporte para aquecimento, tela de amianto, bureta titulométrica graduada.

6.4.1.3 Água destilada.

6.4.1.4 Erlenmeyer de 500 ml e demais vidrarias e utensílios de laboratório.

6.4.1.5 Solução padrão de dicromato de potássio 0,1N, preparada da seguinte forma:

Dissolver 4,90 g de dicromato de potássio seco, em água destilada e completar o volume a 1000 ml.

6.4.1.6 Solução de cloreto estanoso, preparada da seguinte forma:

Dissolver 5 g de cloreto estanoso em 60 ml de ácido clorídrico e diluir a 100 ml com água destilada.

6.4.1.7 Solução de cloreto mercúrico, preparada da seguinte forma:

Colocar 100 g de cloreto mercúrico num frasco de 1000 ml, colocar água destilada, agitando, até não mais dissolver o sal. Decantar a suspensão sempre que preciso.

6.4.1.8 Solução indicadora de difenilamina sulfonato, preparada da seguinte forma:

Dissolver 0,85 g de ácido p-difenilamina sulfônico (sal de sódio) em 100 ml de água.

6.4.1.9 Solução de ácido clorídrico concentrado.

6.4.1.10 Solução de ácido fosfórico.

6.4.2 Amostras para ensaio

6.4.2.1 Amostra para determinação de ferro total (em Fe₂O₃):

- a) a amostra a ser utilizada para o ensaio deve ser proveniente de um dos quartis obtido segundo as prescrições do item 5.2 da presente Norma;
- b) antes da retirada da quantidade de material requerido para o ensaio, o referido quartil deve ser homogeneizado, manual ou mecanicamente;
- c) da amostra homogeneizada, obter 1 g no caso da amostra ser de material sólido. No caso de material em solução, obter 2 g.

6.4.2.2 Amostra para determinação do ferro ferroso (em FeO):

O procedimento para obtenção desta amostra é idêntico ao do item 6.4.2.1.

6.4.3 Execução dos ensaios

6.4.3.1 Ferro total (em Fe₂O₃)

- Colocar a porção do material para ensaio num erlenmeyer de 250 ml, juntar 10 ml de ácido clorídrico concentrado. Aquecer até a fervura e adicionar uma solução de cloreto estano gôta a gôta até que, com uma só gôta, a cor amarela desapareça completamente e adicionar não mais de 2 gôtas em excesso, de solução de cloreto estano.
- Esfriar à temperatura ambiente em banho de água e diluir a 200 ml. Adicionar 20 ml de solução de cloreto mercúrico, o mais rápido possível, e deixar em repouso por 1 ou 2 minutos.

NOTA: Haverá um precipitado sedoso quando o cloreto mercúrico for adicionado. O não aparecimento deste precipitado indica insuficiência de adição de cloreto estano. Se o precipitado for preto ou cinza, há indicação de que foi adicionado excesso de cloreto estano ou a solução de cloreto mercúrico foi adicionada muito vagarosamente.

6.4.3.2 Ferro ferroso (em FeO)

- Colocar a porção de material para ensaio, num erlenmeyer de 500 ml contendo 200 ml de água destilada. Agitar até dissolução da amostra.
- Adicionar 50 ml de ácido clorídrico concentrado e 5 ml de ácido fosfórico; juntar 3 a 4 gôtas de indicador difenilamina sulfonato de sódio. Titular com solução padrão 0,1N de dicromato de potássio até ponto final identificado por um vermelho roxo.

6.4.4 Resultados

6.4.4.1 Ferro total (em Fe₂O₃)

Calcular a porcentagem de ferro total (em Fe₂O₃), com o emprego da seguinte fórmula:

$$\% \text{ de Ferro em Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\text{ml de dicromato} \times 0,80}{\text{peso da amostra}}$$

6.4.4.2 Ferro ferroso (em FeO)

Calcular a porcentagem de ferro ferroso (em FeO), com o emprego da seguinte fórmula:

$$\% \text{ de Ferro em FeO} = \frac{\text{ml de dicromato gastos} \times 0,72}{\text{g da amostra}}$$

6.5 Acidez (alumina livre)

6.5.1 Aparelhagem e reagentes

6.5.1.1 Balança analítica com precisão de $\pm 0,5$ mg e capaz de fornecer leituras de 1 mg.

6.5.1.2 Estufa dotada de termostato e capaz de atingir a temperatura de no mínimo $130 \pm 2^\circ\text{C}$.

6.5.1.3 Bico de Bunsen; suporte para aquecimento; tela de amianto.

6.5.1.4 Água destilada.

6.5.1.5 Erlenmeyer de 500 ml, balão de 1000 ml.

6.5.1.6 Demais vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

pag 10 da norma CETESB M4.610 (item 6.4.3.1 (c)).

- c) Adicionar 5 ml de solução de ácido fosfórico e 3 a 4 gotas de indicador difenilamina sulfonato de sódio.
- Titular com solução padrão 0,1N de dicromato de potássio até ponto final identificado pela coloração violeta.

6.5.1.7 Solução de hidróxido de sódio 0,5 N, preparada da seguinte forma: Colocar 20 g de hidróxido de sódio num balão de vidro, dissolver com água destilada e elevar o volume a 1000 ml.

Padronizar a solução da seguinte forma:

Secar 2 g de diftalato de potássio a $120^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 90 minutos e em seguida esfriar à temperatura ambiente num dessecador. Em seguida determinar exatamente a massa do material esfriado e colocar num Erlenmeyer de 100 ml. Juntar 50 ml de água destilada isenta de gás carbônico e 4 a 5 gotas de fenolftaleína, e titular com a solução a ser padronizada.

O fator de correção da solução será dado pela fórmula:

$$N = \frac{\text{g de diftalato}}{\text{ml de Na (OH) gastos} \times 0,2042}$$

6.5.1.8 Solução de ácido sulfúrico 0,5 N, preparada da seguinte forma:

Colocar 14,1 ml de ácido sulfúrico concentrado em 1000 ml de água. Agitar continuamente durante 10 minutos. Esfriar à temperatura ambiente. Não é necessário fatorar esta solução.

6.5.1.9 Solução de fluoreto de potássio:

Dissolver 500 g de fluoreto de potássio P.A. em 600 ml de água destilada quente livre de CO_2 . Adicionar 0,25 ml de solução de fenolftaleína. Neutralizar esta solução com solução 0,2 N de hidróxido de potássio ou solução 0,2 N de ácido sulfúrico, conforme o caso, até que 1 ml de solução em 10 ml de água destilada isenta de CO_2 , mostre uma débil coloração rósea. Filtrar e diluir a 1000 ml com água destilada isenta de CO_2 . Conservar esta solução em frasco de polietileno.

6.5.1.10 Solução de fenolftaleína, preparada da seguinte forma:

Dissolver 5 g de fenolftaleína em 1000 ml de álcool isopropílico.

6.5.2 Amostra para ensaio

6.5.2.1 A amostra a ser utilizada para o ensaio deve ser proveniente dos quartis obtidos segundo as prescrições do item 5.2 da presente Norma.

6.5.2.2 Antes da retirada da quantidade de material requerida para o ensaio, o referido quartil deve ser homogeneizado, manual ou mecanicamente.

6.5.2.3 Da amostra homogeneizada, obter 3 g no caso da amostra ser de material sólido. No caso de material em solução, obter 6 g.

6.5.3 Execução do ensaio

6.5.3.1 Colocar a porção de material para ensaio, num Erlenmeyer de 500 ml, contendo 100 ml de água destilada. Juntar 10 ml de H_2SO_4 0,5N e ferver por 1 minuto. Esfriar à temperatura ambiente e juntar 20 ml de fluoreto de potássio e 1 ml de indicador de fenolftaleína.

6.5.3.2 Titular com solução padrão de hidróxido de sódio 0,5N, até o aparecimento da primeira cor rosa permanente. Anotar o volume (A) de hidróxido gasto.

6.5.3.3 Adicionar 100 ml de água e 5 ml de solução de H_2SO_4 0,5N num Erlenmeyer de 500 ml. Ferver por 1 minuto. Esfriar à temperatura ambiente e juntar 20 ml de solução de fluoreto de potássio e 1 ml de fenolftaleína. Titular com solução padrão de hidróxido de sódio 0,5N, até o aparecimento da primeira cor rosa permanente. Anotar o volume (B) de hidróxido gasto.

6.5.4 Resultados

6.5.4.1 Calcular a porcentagem de alumina livre, no caso em que $B > A$, utilizando a seguinte fórmula:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ livre} = \frac{(B - A) \times N \times 1,699}{\text{g da amostra}}$$

6.5.4.2 Se $A > B$ a amostra contém ácido sulfúrico livre. Neste caso, não contem alumina livre.

A porcentagem de ácido sulfúrico livre será dada pela fórmula:

$$\% \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ livre} = \frac{(A - B) \times N \times 4,904}{\text{g da amostra}}$$

6.6 Substâncias tóxicas

6.6.1 Aparelhagem

6.6.1.1 Em função de métodos de análises reconhecidamente consagrados tais como "absorção atômica", "espectrofotometria", etc., deverá ser adotada a aparelhagem correspondente.

6.6.2 Amostra para ensaio

6.6.2.1 A amostra a ser utilizada para ensaio deve ser obtida da mesma forma como descrito na obtenção de amostras para os ensaios anteriormente descritos.

6.6.2.2 A porção de material, tanto de amostra sólida ou em solução, que será efetivamente submetida ao ensaio será de 0,1 g.

6.6.3 Resultados

6.6.3.1 Qualquer que seja o método de ensaio empregado, os resultados deverão ser facilmente reprodutíveis.

7 RELATÓRIO

7.1 Elaborar um relatório final de ensaios contendo:

- a) resultados;
- b) comentários que o analista julgar necessário;
- c) nome do laboratório;
- d) data de conclusão dos ensaios;
- e) nome e assinatura do responsável pela execução dos ensaios.

8 ACEITAÇÃO E REJEIÇÃO

8.1 O lote do sulfato de alumínio será aceito caso sejam obedecidos todos os requisitos previstos nesta Norma. Caso contrário será rejeitado.

8.2 A aceitação definitiva do lote será caracterizada após o conhecimento de todos os resultados de ensaios de laboratório.

8.3 Em casos de discordância entre comprador e fornecedor, com relação aos resultados de ensaios de laboratório, devem ser feitos novos ensaios com a amostra de arbítrio, num laboratório de arbítrio. Os resultados assim obtidos serão os prevalentes.

REVOGADA

RELATÓRIO PARA HOMOLOGAÇÃO DE EMENDA DE NORMA TÉCNICA CETESB

1. Apresentação

A Gerência de Desenvolvimento da Qualidade e Normalização Técnica, através de sua Divisão de Normalização Técnica e Assistência Tecnológica, elaborou a Norma CETESB M4.610 - Sulfato de Alumínio para Tratamento de Água.

2. Elaboração de Emenda

2.1 Por decisão de Diretoria, nº 002/77-DDPET, datada de 02.01.78, a referida Norma foi homologada, tendo sido editada no mesmo ano.

2.2 Estando a Associação Brasileira de Normas Técnicas-ABNT, presentemente, elaborando a Norma Brasileira sobre o mesmo tema, a Norma CETESB foi utilizada como base para sua elaboração.

2.3 Constatou-se na comissão de estudos da ABNT, através da análise e discussão da Norma CETESB, três anomalias a seguir indicadas:

- pág. 7 (1ª linha)

onde se lê: 0,020 a 0,022 g

deve ser: 0,20 a 0,22 g

- pág. 7 (9ª linha)

onde se lê: $\frac{\text{g CaCO}_3 \times 100}{\text{ml EDTA} \times 100,09}$

deve ser: $\frac{\text{g CaCO}_3 \times 1000}{\text{ml EDTA} \times 100,09}$

- pág. 9 (item 6.4.3.2.b)

onde se lê: vermelho-roxo

deve ser: violeta

2.4 Desta forma, torna-se necessária a elaboração da Emenda, conforme apresentamos em anexo.
