 INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA PARAÍBA Campus Cabedelo	TÉCNICO SUBSEQUENTE EM MEIO AMBIENTE DISCIPLINA: CONTROLE DE POLUIÇÃO DA ÁGUA DOCENTES: THIAGO RUFFO; LIZ HILUEY
--	--

Nome: _____ Turma: _____

MANUAL DE ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA E BACTERIOLÓGICA DA ÁGUA



APRESENTAÇÃO

Este manual, instrumento de consulta, tem como objetivo auxiliar os alunos e pesquisadores que trabalham no laboratório de análises de água do IFPB-Cabedelo no desenvolvimento das práticas analíticas do controle de qualidade da água.

Nele, estão descritos alguns dos procedimentos de biossegurança em laboratório, bem como os métodos para determinação de alguns dos parâmetros de potabilidade da água, que atendam às características de qualidade físicas, químicas, organolépticas e bacteriológicas, estabelecidas na Portaria 2914 de 12 de dezembro de 2011 do Ministério da Saúde.

Para qualquer procedimento aqui abordado, que necessite de um conhecimento mais profundo, deve-se consultar os grandes compêndios que tratam do assunto, como por exemplo, o *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, publicação da AWWA, APHA e WPCF.

1 NORMAS E MEDIDAS DE SEGURANÇA

A segurança nas atividades laboratoriais, a preservação da saúde e a proteção do meio ambiente são essenciais nas práticas modernas dos laboratórios de análises destinados ao ensino e a pesquisa, a fim de evitar e/ou reduzir os riscos de acidente no ambiente de trabalho. Para tanto, faz-se necessário que um conjunto de procedimentos pré-estabelecidos, sejam cumpridos a risca, como processo habitual na realização dos trabalhos laboratoriais.

1.1 Práticas seguras no laboratório

- A. O trabalho num laboratório químico só é efetivo quando realizado conscienciosamente e com compreensão da sua teoria. Além disso, toda atividade experimental requer que o experimentador SEJA CUIDADOSO E ESTEJA ATENTO. Mesmo um experimento aparentemente inofensivo, pode resultar em consequências sérias quando planejado de maneira imprópria.
- B. Todo aluno ou grupo terá um LUGAR NO LABORATÓRIO (BANCADA), QUE DEVERÁ SER MANTIDO LIMPO E ARRUMADO. Somente os materiais necessários ao experimento deverão permanecer sobre a bancada.
- C. O estudante, antes de iniciar o trabalho de laboratório deve:
 - Conhecer todos os detalhes do experimento que irá realizar;
 - Ter conhecimento sobre as propriedades das substâncias a serem utilizadas;
 - Familiarizar-se com a teoria relativa ao tópico em estudo;
 - Ter um protocolo experimental escrito envolvendo todas as atividades a serem realizadas;
 - Providenciar os EPI necessários para sua segurança durante o trabalho no laboratório.

NUNCA REALIZE EXPERIMENTOS QUE NÃO SEJAM INDICADOS NO MANUAL SEM ANTES
CONSULTAR O PROFESSOR RESPONSÁVEL

1.2 Condutas de segurança no laboratório

- | | |
|--|---|
| ⚠ Realize todo o trabalho com substâncias voláteis na capela; | ⚠ Realize os trabalhos dentro de capelas ou locais bem ventilados; |
| ⚠ Trabalhe longe de chamas quando manusear substâncias inflamáveis; | ⚠ Em caso de acidente (por contato ou ingestão de produtos químicos) procure o médico indicando o produto utilizado; |
| ⚠ Quando aquecer soluções num tubo de ensaio segure-o sempre com a abertura dirigida para longe de você ou seus vizinhos no local de trabalho; | ⚠ Se atingir os olhos, abrir bem as pálpebras e lavar com bastante água. Atingindo outras partes do corpo, retirar a roupa impregnada e lavar a pele com bastante água; |
| ⚠ Use os óculos protetores de olhos, sempre que necessário; | ⚠ Não trabalhar com material imperfeito, principalmente o de vidro que contenha pontas ou arestas cortantes; |
| ⚠ Use sempre jaleco, de preferência de mangas compridas; | ⚠ Fechar com cuidado as torneiras de gás, evitando o seu escapamento; |
| ⚠ Não fume, não coma ou beba durante a execução dos procedimentos; | ⚠ Não aquecer tubos de ensaio com a boca virada para si ou para outra pessoa; |
| ⚠ Evite trabalhar sozinho e fora das horas de trabalho convencionais; | ⚠ Não aquecer reagentes em sistema fechado; |
| ⚠ Não jogue material insolúvel nas pias (sílica, carvão ativo, etc). Use um frasco de resíduo apropriado; | ⚠ Não provar ou ingerir drogas ou reagentes de laboratório; |
| ⚠ Não entre em locais de acidentes sem uma máscara contra gases; | ⚠ Não aspirar gases ou vapores; |
| ⚠ Nunca jogue no lixo restos de reações; | ⚠ Comunicar imediatamente ao professor qualquer acidente ocorrido. |

1.3 Manuseio de produtos químicos

- ⚠ Nunca manusear produtos sem estar usando o equipamento de segurança adequado para cada caso;
- ⚠ Usar sempre material adequado. Não faça improvisações;
- ⚠ Esteja sempre consciente do que estiver fazendo;
- ⚠ Comunicar qualquer acidente ou irregularidade ao seu superior;
- ⚠ Não pipetar, principalmente líquidos cáusticos ou venenosos, com a boca. Use os aparelhos apropriados;
- ⚠ Procurar conhecer a localização do chuveiro de emergência e do lava-olhos e saber usá-los corretamente;
- ⚠ Nunca armazenar produtos químicos em locais impróprios;
- ⚠ Não fumar nos locais de estocagem e no manuseio de produtos químicos;
- ⚠ Não transportar produtos químicos de maneira insegura, principalmente em recipientes de vidro e entre aglomerações de pessoas;
- ⚠ Ler o rótulo antes de abrir a embalagem e usar o produto;
- ⚠ Verificar se a substância é realmente aquela desejada;
- ⚠ Considerar o perigo de reação entre substâncias químicas e utilizar equipamentos e roupas de proteção apropriadas;
- ⚠ Abrir as embalagens em área bem ventilada;
- ⚠ Tomar cuidado durante a manipulação e uso de substâncias químicas perigosas, utilizando métodos que reduzam o risco de inalação, ingestão e contato com pele, olhos e roupas;
- ⚠ Fechar hermeticamente a embalagem após a utilização;
- ⚠ Evitar a utilização de aparelhos e instrumentos contaminados;
- ⚠ Tratar dos derramamentos utilizando métodos e precauções apropriadas para as substâncias perigosas;
- ⚠ Adicione sempre o ácido lentamente à água para diluir um ácido concentrado. Nunca adicione água ao ácido, pois o calor desenvolvido é tão forte que podem se formar bolhas de vapor que são expelidas.

1.4 Primeiros Socorros



- ☞ Cortes e ferimentos devem ser desinfetados e cobertos;
- ☞ Queimaduras leves com fogo ou material quente, tratar com *água fria/ gelada* ou *Picrato de Butesin* ou *Ácido Pícrico*.
- ☞ Queimaduras cutâneas:
COM ÁCIDOS - lavar com bastante água e sabão e, em seguida, neutralizar com *Leite de Magnésia* ou *Bicarbonato de Sódio*;
COM BASES - lavar com muita água e, em seguida, com solução diluída de *ÁCIDO ACÉTICO (0,1N)*;
COM FENOL - lavar abundantemente com *ÁLCOOL ETÍLICO*.
- ☞ Queimaduras oculares com substâncias ácidas ou básicas devem ser lavadas com água (usar lava-olhos) e tratadas com colírio estéril.
- ☞ Ingestão:
DE ÁCIDOS - tomar *Hidróxido de Cálcio*, *Leite de Magnésia* ou *Leite*. Não tomar bicarbonato de sódio ou carbonato de cálcio. Estes produtos são contra-indicados porque produzem distensão e facilitam a perfuração;
DE BASES - tomar solução de ácido acético 1/100 ou vinagre 1/10 ou água de limão;
- ☞ Intoxicação por gases:
REGRA GERAL: remova o paciente da exposição, fazendo-o respirar profundamente e mantendo-o aquecido.

2 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E UTENSÍLIOS BÁSICOS DE LABORATÓRIO

Abaixo serão descritos alguns dos equipamentos mais comuns usados em laboratório, bem como a utilização dos mesmos. Um emprego de um equipamento ou material depende dos objetivos e das condições em que a experiência será executada.

2.1 Utensílios de vidro (vidrarias)

Antes de utilizar qualquer material de vidro verificar se o mesmo não está quebrado ou se não possui trincas. Vidros quebrados podem causar cortes profundos e frascos trincados, quando aquecidos, podem quebrar, com consequências imprevisíveis. Todo o material de vidro quebrado deve ser entregue ao responsável pelo laboratório, pois grande parte pode ser recuperada.

O procedimento mais comum recomendado para a limpeza de materiais de vidro é o de lavar o objeto cuidadosamente com uma escova e detergente, enxaguar com água da torneira e, finalmente, enxaguar com água destilada.

Após a lavagem deixe a água escorrer colocando o objeto com a boca voltada para baixo ou seque-o em uma estufa. Quando for necessária a utilização imediata do material, enxágue-o de duas a três vezes com pequenas porções da solução a ser utilizada. Se uma limpeza mais cuidadosa for necessária, pode ser empregada uma solução sulfocrômica, seguida de lavagem com água destilada.

A solução sulfocrômica é uma mistura de Diermato de Potássio com Ácido Sulfúrico concentrado. Trata-se de uma das soluções de limpeza mais utilizadas em laboratórios. Sua função é limpar vidrarias com resíduos de difícil remoção. Veja mais no tópico 4.

1. Tubo de ensaio - empregado para fazer reações em pequena escala, principalmente em testes de reação em geral. Pode ser aquecido com movimentos circulares.

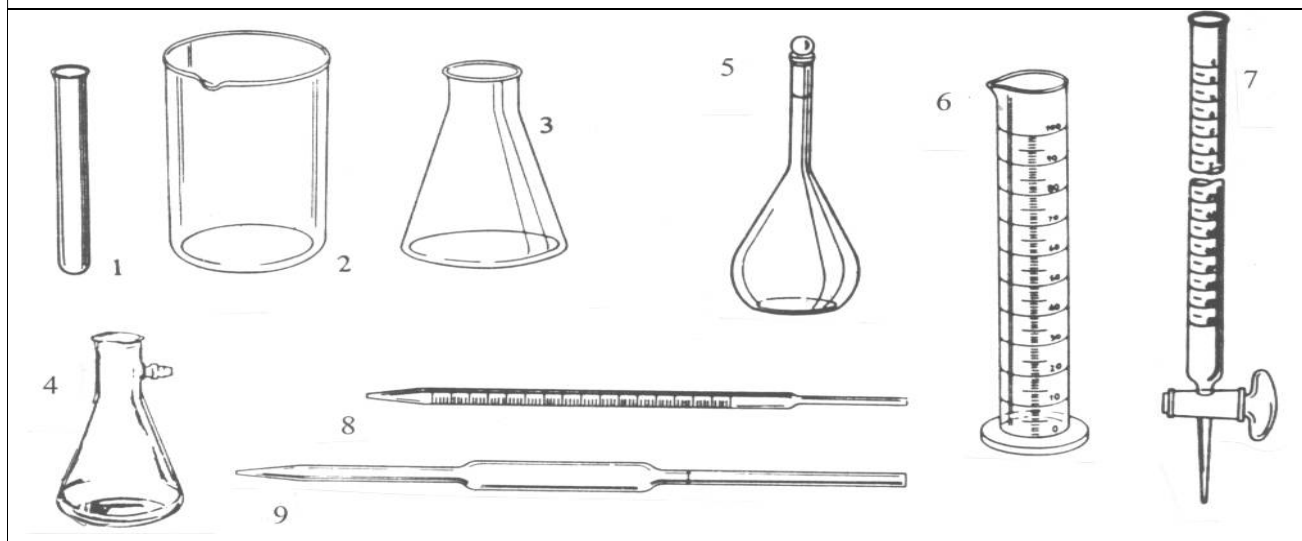
2. Béquer - de uso geral em laboratório. Recipiente com ou sem graduação, utilizado para preparar, aquecer soluções, além de dissolver substâncias. Pode ser aquecido sobre a tela de amianto.

3. Erlenmeyer - utilizado em titulações e aquecimento de líquidos. Permite agitação manual, devido ao seu afunilamento (forma cônica), sem que haja risco de perda de líquidos por agitação.

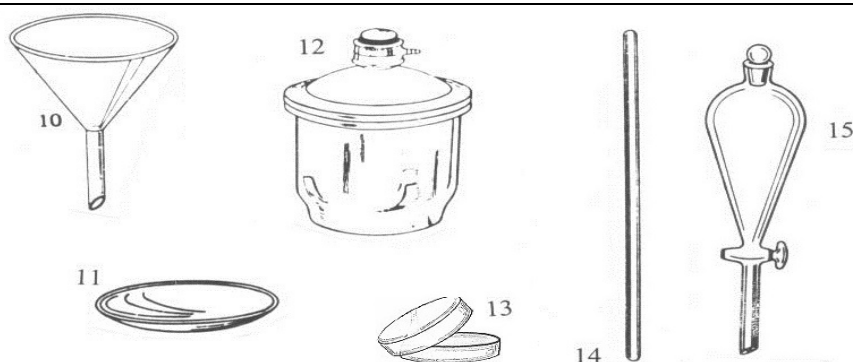
4. Kitassato - frasco de paredes espessas, munido de saída lateral e usado em filtração a vácuo.

5. Balão volumétrico - recipiente calibrado e de precisão destinado a conter um determinado volume de líquido, a uma dada temperatura, utilizado no preparo de soluções de concentrações definidas. O traço de aferição é uma marca no colo do balão com a qual deve coincidir a parte inferior do menisco.

6. Proveta ou cilindro graduado - frasco com graduação, destinado a medidas aproximadas de volumes líquidos. Pode ser encontrada em volumes de 10mL até 1000mL. Não pode ser aquecida.



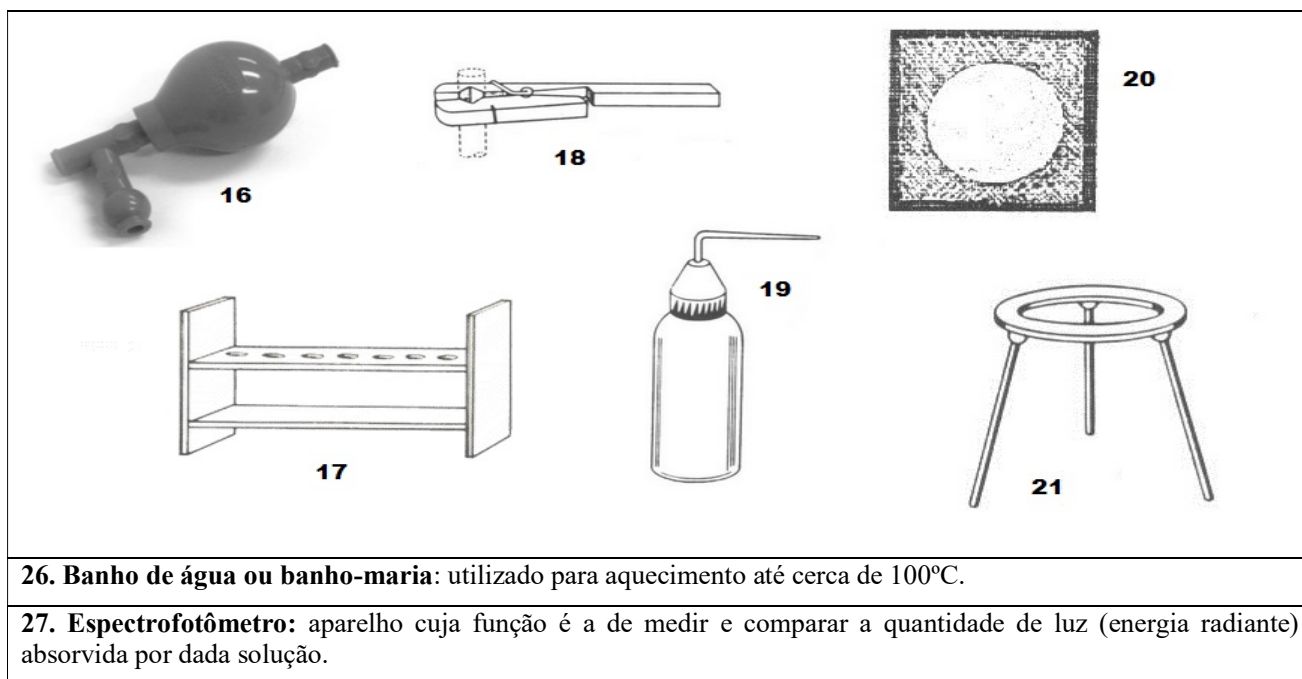
- 7. Bureta** - equipamento calibrado para medida precisa de volume de líquidos. Permite o escoamento do líquido e é utilizado em titulações.
- 8. Pipeta graduada** - Vidraria calibrada para medida precisa de volume de líquidos. É utilizada para medir volumes variados. Não pode ser aquecida.
- 9. Pipeta volumétrica** - Vidraria calibrada para medida precisa de volume de líquidos. É utilizada para medir um único volume, apresentando, pois, maior precisão. Não pode ser aquecida.
- 10. Funil** - utilizado na transferência de líquidos de um frasco para outro ou para efetuar filtrações simples.
- 11. Vidro de relógio** - usado geralmente para cobrir béquer contendo soluções, pesagem de sólidos e finalidades diversas.
- 12. Dessecador** - utilizado no armazenamento de substâncias quando se necessita de uma atmosfera com baixo teor de umidade. Também pode ser utilizado para manter as substâncias sob pressão reduzida.
- 13. Placa de petri** - utilizada no desenvolvimento de culturas e inúmeros outros fins.
- 14. Bastão de vidro ou baqueta** - Usado na agitação de misturas, transferências de líquidos, auxilia na filtração e outras operações químicas.
- 15. Funil de separação** - equipamento para separar líquidos não miscíveis.



Não aquecer na estufa vidraria graduada ou volumétrica, pois o aquecimento e posterior resfriamento deformará o vidro, comprometendo as medidas subsequentes.

2.2 Materiais diversos e Equipamentos

- 16. Pêra ou pipetador**- é para ser acoplado em pipetas, auxiliando na técnica de pipetar líquidos.
- 17. Suporte para tubos de ensaio**- depósito de tubo de ensaio. Pode ser de metal ou de madeira.
- 18. Pinça de madeira**- utilizada para segurar tubos de ensaio.
- 19. Pisseta**- Usualmente feita de plástico. Recipiente geralmente contendo água destilada ou outro solvente. Usada para preparar soluções, efetuar a lavagem de recipientes ou materiais com jatos de líquidos nela contido.
- 20. Tela de amianto**: tela metálica, contendo amianto, utilizada para distribuir uniforme-mente o calor, durante o aquecimento de recipientes de vidro à chama de um bico de gás.
- 21. Tripé**: usado como suporte, principalmente de telas e triângulos.
- 22. Bico de gás (Bunsen)**: fonte de calor destinado ao aquecimento de materiais não inflamáveis.
- 23. Estufa**: equipamento empregado na secagem de materiais (calor seco) ou para incubar culturas.
- 24. Autoclave**: equipamento utilizado para esterilizar materiais (calor úmido).
- 25. Balança analítica ou semi-analítica**: instrumento para determinação de massa (pesagem).



3 ASPECTOS IMPORTANTES NA MEDIÇÃO DE VOLUMES

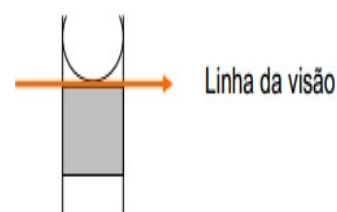
O resultado de uma análise química é função direta do cuidado, da manipulação e da correta aplicação da metodologia analítica, no qual pequenos descuidos podem significar grandes erros, sobretudo, em determinação de parâmetros em amostras com concentração da ordem de miligrama por litro. Dessa forma, é necessário o preparo técnico para se proceder a uma análise e o uso de equipamentos e vidrarias apropriadas e em boas condições.

Uma das mais comuns fontes de erros encontra-se no preparo ou na manipulação das vidrarias volumétricas empregadas nas análises, são erros primários, que, uma vez evitados, podem significar um aumento do grau de confiabilidade do resultado. Entre os procedimentos que auxiliam a evitar esses tipos de erros, pode-se citar:

Temperatura: a capacidade de uma vidraria volumétrica varia com a temperatura, logo, deve-se utilizá-las sempre em temperaturas próximas à aferição. Da mesma forma, a densidade do líquido também varia com a temperatura, portanto, deve-se utilizá-los somente em temperatura ambiente;

Limpeza da vidraria: presença de material gorduroso pode aumentar o erro na leitura devido a má formação do menisco, além do que, tal “sujeira” pode servir como interferente, alterando o valor do resultado da análise;

Ajuste do menisco: quando uma vidraria é preenchida com um líquido, forma-se uma concavidade denominada menisco. Se esse menisco estiver formando uma concavidade para cima, a leitura é feita no ponto de mínimo dessa curva. Por outro lado, se ele estiver formando uma parábola para baixo, então a leitura é feita no ponto de máximo. Os olhos do analista devem sempre permanecer no mesmo nível do menisco para evitar o chamado *erro de paralaxe*.



Tipos de Pipetas. Existem dois tipos de pipetas:

- **Pipetas de sopro:** possuem dois traços horizontais na porção superior, e no momento da transferência do líquido pipetado para outro frasco, deve-se “expulsar” o volume restante que permanece na ponta da pipeta, uma vez que ele, nesse tipo de pipeta, é considerado parte integrante do volume total pipetado; para tanto, deve-se utilizar a pêra de sucção para “soprar” esse volume para o frasco.
- **Pipetas comuns:** apresentam apenas um traço horizontal na porção superior. Deve ser desconsiderado o volume restante na ponta da pipeta a final do escoamento, ou seja, não deve-se “soprar” esse volume para o frasco.

4 LIMPEZA DE VIDRARIAS

Toda a aparelhagem de vidro ou de plástico empregada na análise ou na preparação de reagentes deverá estar perfeitamente limpa, livre de substâncias estranhas ao processo, caso contrário, os resultados não oferecerão uma boa confiabilidade. Para tanto, existem várias substâncias de limpeza de vidrarias, às quais se destacam:

Detergentes: o detergente mais recomendado no meio laboratorial é o detergente neutro, o que não impede o uso de outros, contudo, deve-se ter cuidados na escolha, sobretudo nos quesitos biodegradabilidade e presença de grupos fosfatos. Após a lavagem da vidraria com o detergente, é essencial que se enxágue com água em abundância para se remover os resquícios do detergente, e em seguida, enxaguar com água destilada.

Solução sulfocrômica: trata-se de uma solução ácida, constituída por ácido sulfúrico concentrado e dicromato de potássio. Tem por objetivo eliminar contaminantes orgânicos e inorgânicos através da reação de oxido-redução. Para tanto, deve-se utilizá-la de forma diluída e deixar a vidraria de molho por algumas horas. Após isso, lava-se a vidraria com água de torneira em abundância e, em seguida, com água destilada. A solução sulfocrômica pode ser reutilizada até que apresente uma cor esverdeada, indicativo de que o cromo está presente em maior quantidade na forma trivalente, o que significa perda do poder oxidativo.

- Preparo da solução sulfocrômica:
 - Pesar 60g de Dicromato de Potássio grau técnico, transferir para um bécker de 2L;
 - Adicionar 300ml de água destilada e homogeneizar;
 - Transferir COM EXTREMO CUIDADO 1L de Ácido Sulfúrico concentrado, com constante agitação (não se esquecer de usar os EPI's apropriados);
 - Aguardar esfriar e acondicionar em frascos devidamente rotulados.

Solução de ácido nítrico 1:1: trata-se de uma solução indicada para a limpeza de vidrarias impregnadas pela análise de metais ou no preparo de frascos para coleta de amostras para análise de metais.

- Preparo da solução de ácido nítrico (HNO_3) 1:1:
 - Deve-se misturar 500ml de Ácido Nítrico a 500ml de água destilada;
 - Acondicionar em frasco devidamente rotulado.

Solução de ácido clorídrico 1:1: trata-se de uma solução ácida que tem por objetivo eliminar contaminantes de fosfato. A solução de ácido clorídrico diluído pode ser utilizado mais de uma vez para

lavar vidrarias. O mesmo perderá suas propriedades de limpeza quando apresentar uma coloração amarelada

- Preparo da solução de ácido clorídrico (HCl) 1:1:
 - Diluir 500 mL do Ácido Clorídrico concentrado em 500 mL de água destilada ou de torneira.

	Deixar a vidraria em molho por muito tempo em solução sulfocrômica ou solução ácida de lavagem pode danificar as marcas de identificação e graduação originais de fábrica.
---	--

5 TÉCNICAS DE PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS PARA EXAMES FÍSICO-QUÍMICOS

Parâmetro	Frasco	Preservação	Validade
Acidez	P, V	R	6 h (quando houver suspeita de atividade biológica) ou 24h (quando não for o caso)
Alcalinidade	P, V	R	6 h (quando houver suspeita de atividade biológica) ou 24h (quando não for o caso)
Cloretos	P, V	--	A mais breve possível
Cloro residual	P, V	--	A mais breve possível
Condutividade	P, V	R	24h
Cor	P, V	R	24h
Dureza	P, V	R	7 dias
Fosfato	P, V	H ₂ SO ₄ até pH <4; R	24 h
Nitrato	P, V	H ₂ SO ₄ até pH <4; R	24 h
Nitrito	P, V	R	48 h
Oxigênio dissolvido	Frasco de DBO	1 mL de MnSO ₄ e 1 mL de álcali-iodeto-azida	4 a 8 h
pH	P, V	R	6h
Temperatura	-	Análise imediata	-
Turbidez	P, V	R (evitar exposição à luz)	24 h

Fonte: Garcez (2004); Silva e Oliveira (2001).

Abreviaturas: P (polietileno); V (vidro borossilicato – pirex); R (refrigerar a 4°C)

6 PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS DE QUALIDADE DE ÁGUA: CARACTERIZAÇÃO E MÉTODO DE ANÁLISE

6.1 Temperatura

Todos os corpos d'água apresentam variações de temperatura ao longo do dia e das estações do ano, apresentando no Brasil valores entre 12 e 30°C. Aumentos significativos de temperatura nos corpos d'água são geralmente decorrentes de despejos de origem industrial e descargas de usinas termoeletricas, podendo tais causarem impacto significativo nos corpos d'água.

Variações súbitas de temperatura nas águas causam efeitos danosos aos ecossistemas aquáticos que se adaptam apenas a pequenas variações. Os organismos aquáticos são afetados por temperaturas fora de seus limites de tolerância térmica, o que causa impactos sobre seu crescimento e reprodução, uma vez que pode acelerar ou retardar a atividade biológica, podendo produzir assim a proliferação de micro-organismos e algas.

A temperatura é uma grandeza inversamente proporcional à solubilidade de gases dissolvidos e diretamente proporcionais à solubilidade de sais minerais.

A **redução da temperatura** ($T \leq 10^{\circ}\text{C}$) aumenta a viscosidade da água, acarreta a diminuição na formação de flocos e na remoção destes durante a sedimentação, também reduz a eficiência do processo de filtração por intervir, por meio da viscosidade, na laminação do escoamento. O **aumento da temperatura** favorece a precipitação de sais de cálcio, com efeitos graves em chuveiros e caldeiras, e afeta a flotação, pois reduz o volume de ar dissolvido na água.

Técnica de separação de misturas que consiste na introdução de bolhas de ar a uma suspensão de partículas. Com isso, verifica-se que as partículas aderem às bolhas, formando uma espuma que pode ser removida da solução e separando seus componentes de maneira efetiva.

A temperatura da água interfere na eficiência do processo de desinfecção quando do emprego de compostos de cloro como desinfetante (LIBÂNIO, 2010), tendo em vista que a temperatura do sistema influencia o carácter químico da água, já que alguns compostos podem se apresentar sob formas diferentes, conforme a temperatura do meio. Em geral, temperaturas elevadas favorecem a ação desinfetante (MEYER, 1994).

Materiais

- ✓ Termômetro;
- ✓ Béquer de 250 ml.

Importante!

É essencial a determinação deste parâmetro *in loco*, pois seus valores podem variar durante o transporte da amostra até o laboratório.

Procedimento experimental

- 1) Coletar a amostra em um béquer de 250 ml;
- 2) Imergir o bulbo do termômetro na amostra (água) recém coletada;
- 3) Esperar até que o material dilatante (mercúrio) se estabilize;
- 4) Fazer a leitura com o bulbo do termômetro ainda dentro da água.

6.2 Potencial Hidrogeniônico (pH)

O termo pH representa a concentração de íons hidrogênio em uma solução. Na água, este fator é de excepcional importância, principalmente nos processos de tratamento, interferindo nas etapas da coagulação, filtração, desinfecção e controle da corrosão. Daí ser medido e ajustado sempre que necessário na rotina dos laboratórios das estações de tratamento.

O valor do pH varia de 0 a 14. Abaixo de 7 a água é considerada ácida e acima de 7, alcalina e com pH 7 é neutra. Águas com valores de pH baixos tendem a ser corrosivas ou agressivas a certos metais e paredes de concreto. Já em pH alcalino, a água tende a formar incrustações principalmente quando trata-se de uma água com elevada concentração de íons cálcio e magnésio. Nas águas com presença de ferro e manganês, se o pH for suficientemente elevado esses metais são oxidados à hidróxidos insolúveis, que podem ser removidas como sólidos durante o tratamento da água (MAYER, 1994).

Em lagoas e reservatórios de estabilização de águas residuárias domésticas, o aumento do pH, como consequência da fotossíntese de algas, desempenha importante papel na eliminação de organismos patogênicos.

O padrão de potabilidade, em vigor no Brasil, Portaria nº 2914/2011 do Ministério da Saúde, preconiza uma faixa de pH entre de 6,0 a 9,5 no sistema de distribuição.

Materiais e reagentes

- ✓ Medidor de pH completo;
- ✓ Solução tampão de pH=7,0;
- ✓ Solução tampão de pH=4,0 ou pH=10,0;
- ✓ Béquer de 50 mL e 100 mL;
- ✓ Pisseta com água destilada;
- ✓ Papel absorvente macio.

Procedimento experimental

- 1) Calibrar o pH-metro seguindo as instruções do fabricante;
- 2) Coletar um pouco da amostra em um béquer;
- 3) Introduzir o eletrodo do pH-metro na amostra;
- 4) Esperar até que o valor estabilize e fazer a leitura.

6.3 Condutividade Elétrica

A condutividade elétrica é a medida da capacidade que a água possui de conduzir corrente elétrica, atribuída aos minerais presentes nela. Sua quantificação permite estimar, de forma rápida, a quantidade de sólidos totais dissolvidos, presentes na água. Seu valor oscila entre 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ e 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

O parâmetro condutividade elétrica não determina, especificamente, quais os íons que estão presentes em determinada amostra de água, mas pode contribuir para possíveis reconhecimentos de impactos ambientais que ocorram na bacia de drenagem ocasionados por lançamentos de resíduos industriais, mineração, esgotos, etc.

A Portaria nº 2914/2011 do Ministério da Saúde não considera a medição do parâmetro e por isso dificilmente é monitorado nas ETAs.

Materiais

- ✓ Condutivímetro digital;
- ✓ Béquer de 250 ml.

Procedimento experimental

- 1) Calibrar o condutivímetro seguindo as instruções do fabricante;
- 2) Coletar um pouco da amostra em um béquer;
- 3) Introduzir o condutivímetro na amostra;
- 4) Esperar até que o valor estabilize e fazer a leitura.

6.4 Turbidez

Turbidez é uma expressão da propriedade ótica que causa a dispersão e absorção da luz, ao invés de sua transmissão em linha reta através da água (SILVA; OLIVEIRA, 2001).

Na água a turbidez esta relacionada à presença de materiais sólidos em suspensão que reduzem a sua transparência tais como areia, argila, silte, material orgânico e inorgânico finamente dividido, entre outros. As dimensões das partículas que causam turbidez variam de coloidais (1–1000nm) a dispersões grosseiras (>1000nm). As partículas causadoras da turbidez são resultantes do processo natural de erosão, cheias e enxurradas que carregam material das margens e poluição com despejos domésticos e industriais os quais agregam à água, material que serve de base para o crescimento de bactérias e outros organismos vivos que vão contribuir para a turbidez (SILVA; OLIVEIRA, 2001).

A turbidez tem sua importância no processo de tratamento da água. Água com turbidez elevada pode formar flocos pesados que decantam mais rapidamente do que água com baixa turbidez, no entanto, faz com que uma quantidade maior de produtos químicos (ex: coagulantes) sejam utilizados nas estações de tratamento de águas, aumentando os custos de tratamento.

Quanto a eficiência do processo de desinfecção com compostos de cloro, a turbidez da água acima de 1,0 uT promove o efeito-escudo sobre os micro-organismos, protegendo-os da ação do desinfetante físico ou químico, resultando em uma menor remoção bacteriana (LIBÂNIO, 2010).

No Brasil, o padrão de potabilidade estabelecido pela Portaria nº 2914/2011 do Ministério da Saúde fixa a turbidez em, no máximo 1 unidade de Turbidez (uT) na saída da Estação de Tratamento de Água (ETA) e 5 uT no ponto mais desfavorável da rede de distribuição.

Materiais

- ✓ Turbidímetro digital;
- ✓ Água destilada;
- ✓ Béquer de 250 ml.

Procedimento experimental

- 1) Calibrar o turbidímetro seguindo as instruções do fabricante;
- 2) Adicionar cerca de 20 mL da amostra em um béquer de 50 ml;
- 3) Transferir um pouco da amostra para a cubeta;
- 4) Fazer a leitura no turbidímetro.

6.5 Oxigênio dissolvido (OD)

Trata-se de um dos parâmetros mais significativos para expressar a qualidade de um ambiente aquático. Além das ações antrópicas no lançamento de efluentes, as concentrações de OD podem variar naturalmente, ocasionada pela respiração ou degradação da matéria orgânica pelos organismos presentes no ambiente aquático, que consomem o oxigênio. Outra forma de redução dar-se pelas perdas para a atmosfera e oxidação de íons.

Durante a estabilização da matéria orgânica, as bactérias fazem uso do oxigênio nos seus processos respiratórios, podendo vir a causar uma redução da concentração do mesmo no meio. Dependendo da magnitude deste fenômeno, podem vir a morrer diversos seres aquáticos, inclusive os peixes. Caso o oxigênio seja totalmente consumido, tem-se a condição anaeróbia, com geração de maus odores. É o principal parâmetro de caracterização dos efeitos da poluição das águas por despejos orgânicos (VON SPERLING, 2005).

As variações nos teores de oxigênio dissolvido estão associadas aos processos físicos, químicos e biológicos que ocorrem nos corpos d'água. Para a manutenção da vida aquática aeróbia são necessários teores mínimos de oxigênio dissolvido de 2 mg/L a 5 mg/L, de acordo com o grau de exigência de cada organismo. A concentração de oxigênio disponível mínima necessária para sobrevivência das espécies de água doce é 4 mg/L para a maioria dos peixes e de 5 mg/L para trutas e salmões, o que explica a prevalência destas espécies em águas de baixa temperatura principalmente no norte dos EUA e Canadá (MANAHAN, 2013 LIBÂNIO, 2010; SILVA; OLIVEIRA, 2001).

6.5.1 Princípio do Método Iodométrico (Método de Winkler) modificação azida

Existem dois métodos utilizados na determinação do oxigênio dissolvido na água: o método de Winkler ou iodométrico com suas modificações e o método eletrométrico que utiliza eletrodos com membranas seletivas. O método iodométrico utiliza titulação e baseia-se na propriedade oxidante que é

inerente ao oxigênio molecular dissolvido. O método Winkler com a modificação da azida pode ser usado para a determinação do oxigênio dissolvido da maioria das águas residuárias, efluentes tratados e águas de rios, riachos, etc.

Materiais e reagentes

- ✓ Frascos de D.B.O. de 300 mL com volume aferido;
- ✓ Proveta de 100 mL;
- ✓ Erlenmeyer de 250 mL;
- ✓ Pipetas graduadas de 2mL (três);
- ✓ Pisseta com água destilada;
- ✓ Solução de sulfato manganoso (MnSO_4) a 480 g/L;
- ✓ Solução de iodeto-azida sódica;
- ✓ Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado;
- ✓ Solução de amido 1%;
- ✓ Solução de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,0125N.

Preparo de soluções

Solução padrão de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,0125 N

Dissolver 6,205g de tiosulfato em água destilada. Adicionar 1,5mL de NaOH 6N ou 0,4g de NaOH sólido e diluir para 1 litro. Padronizar com a solução de bi-iodato.

Padronização

- 1) Dissolver aproximadamente 2g de KI livre de iodato em um erlenmeyer com 100 a 150mL de água destilada;
- 2) Adicionar 1 mL de ácido sulfúrico 6N ou algumas gotas do ácido concentrado e 20mL da solução padrão de bi-iodato;
- 3) Diluir para 200mL e titular o iodo liberado com a solução de tiosulfato adicionando a solução de amido próximo ao fim da titulação, quando uma pálida cor amarela final for atingida;
- 4) Continuar a titulação com o tiosulfato até que a cor azul, característica da presença de iodo, mude para incolor;
- 5) Quando as soluções tiverem as mesmas concentrações, 20mL de tiosulfato 0,025M serão gastos. Se não, ajustar a solução de tiosulfato para 0,025N, ou por diluição da água destilada, quando a concentração for maior que 0,025 N, ou caso contrário, por adição de cristais de tiosulfato de sódio. A estimativa da quantidade de água ou de tiosulfato pode ser feita, a partir da concentração real obtida do ensaio de padronização, com base na relação de equivalência ($V \times N = V' \times N'$), isto é, o número de equivalente-grama ($V' \times N'$) de tiosulfato. A solução de concentração corrigida deve ser repadronizada e a concentração recorrigida até atingir 0,025 N.

Solução padrão de bi-iodato (0,0021M ou 0,025 N)

Dissolver 812,4mg de $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ em água destilada e diluir para 1L. Alternativamente, substituir o reagente bi-iodato de potássio 0,0021M por iodato de potássio de mesma concentração (pesar 0,892 g de KIO_3 seco a 180°C durante 1 hora, dissolver e diluir para 1 litro em água destilada).

Solução de sulfato manganoso (MnSO_4)

Dissolver 480 g de $\text{MnSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$, ou 400 g de $\text{MnSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, ou 365 g de $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ em água destilada, filtrar e diluir para 1 litro em água destilada. A solução de MnSO_4 não deve desenvolver cor com o amido, quando adicionada a uma solução acidificada de iodeto de potássio, KI.

Reagente álcali-iodeto-azida

- 1) Para amostras saturadas ou menos que saturada: dissolva 500g de NaOH (ou 700g KOH) e 135g NaI (ou 150g KI) em água destilada e diluir para 1litro em água destilada. Adicionar 10 g de NaN_3 (azida de sódio) em 40ml de água destilada. Este reagente não deve dar cor om solução de amido, quando diluído e acidificado;
- 2) Para amostras supersaturadas: dissolver 10 g NaN_3 em 500 ml de água destilada. Adicionar 480 g de hidróxido de sódio (NaOH) e 750 g de iodeto de sódio (NaI) e mexer até dissolver. Haverá um turvação branca devido ao carbonato de sódio (Na_2CO_3), porém não causará interferência. Precaução: não acidifique esta solução porque pode ser produzidos ácidos tóxicos.

Solução de amido

Usar ou uma solução aquosa ou amido solúvel em pó. Para preparar a solução de aquosa, dissolver 2 g de amido solúvel com grau de pureza para análise de laboratório e 0,2g de ácido salicílico ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{COOH}$) como preservante, em 100mL de água destilada quente.

Procedimento de fixação do O.D. no campo

- 1) Encher cuidadosamente um frasco de DBO evitando a formação de bolhas de ar. Na coleta de superfície, a inclinação do frasco precisa ser controlada para evitar a formação de bolhas. Deve-se encher o frasco até a boca e deixar que, ao colocar a tampa, a água em excesso seja descartada.
- 2) Remova a tampa e adicione à amostra 2mL da solução de sulfato manganoso e 2mL da solução de azida sódica, respectivamente, tendo o cuidado de imergir a ponta da pipeta no líquido do frasco.
- 3) Recolocar a tampa firmemente evitando a formação de bolhas de ar e misturar seu conteúdo com várias inversões do frasco. Formar-se-á um precipitado de cor marrom (aproximadamente até a metade do frasco). Acondicionar no escuro até o momento da análise, de preferência imersos em água com gelo.

Obs.: Após sedimentar o precipitado, a amostra pode ser estocada por uma semana, preferencialmente em água ou sob refrigeração.

Procedimento analítico - laboratório

- 1) Adicionar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, recolocar a tampa, evitando a perda do precipitado ou a entrada de ar e misturar bem. O precipitado se dissolve e os íons mangânicos em solução ácida, oxidam iodeto a tri-iodato (I_3^-) e iodo livre.
- 2) Se a amostra contiver ferro férrico em concentração de 100 a 200mg/L e se a titulação for realizada logo em seguida, adicionar 1L da solução de fluoreto de potássio e, só então, adicionar o ácido sulfúrico.
- 3) Transferir 100 mL da amostra para um erlemmeyer;
- 4) Titular com solução de tiosulfato de sódio a 0,0125N até obter uma coloração amarela clara. Adicionar algumas gotas da solução de amido (azul-escuro) e continuar a titulação até o ponto de viragem (incolor). A titulação deve ser feita o mais rápido possível para evitar a perda de iodo por volatilização.

➤ Calcular o oxigênio dissolvido pela fórmula: $\text{mg/l OD} = \frac{V_1 \times N \times 8000}{V_2}$

onde:

V_1 = Volume do tiosulfato gasto na titulação

V_2 = mL da amostra

N= Normalidade do tiosulfato

Obs.: 1mL de tiosulfato de sódio a 0,0125 N corresponde a 1mg de O_2/L se for titulado o volume equivalente a 100mL da amostra original.

6.6 Cloro residual

A desinfecção com cloro (cloração) é uma das principais operações unitárias no tratamento da água. Sua medida é importante e serve para controlar a dosagem que está sendo aplicada e também para acompanhar sua evolução durante o tratamento.

Empregado na forma gasosa (Cl_2) ou em solução aquosa como hipoclorito de cálcio ($Ca(OCl)_2$), ou de sódio ($NaOCl$), o cloro adicionado à água limpa forma ácido hipocloroso o qual coexiste com íons hipoclorito e hidrogênio. As concentrações relativas de ácido hipocloroso e hipoclorito são dependentes do pH e da temperatura e sua soma, denominada cloro residual livre (CRL), constitui o mais importante parâmetro de controle de qualidade na prática de cloração de águas de abastecimento (LIBÂNIO, 2010).

A cloração pode produzir efeitos indesejáveis, como o aparecimento de sub-produtos na forma de THM (trihalometanos) com alto potencial carcinogênico, ou da liberação de gosto e odor, sobretudo, quando da presença de compostos fenólicos, devido a formação de cloro-fenol (cheiro de peixe podre) (GRACEZ, 2004).

O padrão de potabilidade, ora em vigor no Brasil, fixa em no mínimo, 0,2 mg/L de cloro residual livre ou 2 mg/L de cloro residual combinado ou de 0,2 mg/L de dióxido de cloro em toda a extensão do sistema de distribuição (reservatório e rede). Recomenda ainda que, o teor máximo de cloro residual livre em qualquer ponto do sistema de abastecimento seja de 2 mg/L. Ainda nesta vertente, a referida portaria recomenda tempo mínimo de detenção de 28 minutos, a uma temperatura de 25°C e pH inferior a 9,0, quando a desinfecção se dar com compostos de cloro, de forma a resultar num residual de cloro livre na saída do tanque de contato $\leq 4,0$ mg/L.

6.6.1 Princípio do método de titulação de óxido-redução: iodometria

Cloro pode reduzir a Iodo (I_2) livre o iodeto de potássio (KI) em um pH em torno de 8 ou menor. O I_2 livre é titulado contra uma solução padrão de tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) usando amido como indicador do ponto final da reação. Realiza-se a titulação em um pH entre 3 e 4 porque a reação não é estequiométrica numa faixa de pH neutro, no que diz respeito a oxidação do tiosulfato a sulfato (GARCEZ, 2004).

Materiais e reagentes

- ✓ Bureta de 50 mL;
- ✓ Erlenmeyer de 50 e 250 mL;
- ✓ Balão volumétrico de 1L;
- ✓ Proveta de 100mL;
- ✓ Espátula;
- ✓ Almofariz e pistilo;
- ✓ Iodeto de potássio (KI) – em cristais;
- ✓ Solução de amido a 1%;
- ✓ Ácido acético glacial concentrado (cuidado para não inalar os vapores);
- ✓ Solução estoque de Tiosulfato de sódio ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 0,1N.

Preparo de soluções

Solução estoque de Tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,1N

Pesar 25g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e transferir para um balão volumétrico de 1L, adicionar água e promover a dissolução do sal, acrescentar aproximadamente 1mL de clorofórmio, e completar o volume do balão com água. Padronizar com 10 mL de solução de dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 0,1N, acrescidos de 1 mL de ácido sulfúrico concentrado mais cerca de 80 mL de água, deve-se deixar por 6 minutos o erlenmeyer no escuro, em seguida, adicionar uma espátula (1g) de KI, e titular contra solução de tiosulfato até o aparecimento de uma coloração amarelo-palha, nesse ponto, adicionar amido e prosseguir a titulação até a viragem do azul para o incolor. Calcular a normalidade real do tiosulfato:

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} * V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ gastos}}}$$

Solução padrão de Dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 0,1N

Pesar 4,904 g de dicromato de potássio e transferir para um balão volumétrico de 1L, adicionar água e promover a dissolução do sal. Completar o volume do balão.

Solução Padrão de Tiosulfato de Sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,025N

Diluir 250 mL da solução estoque de tiosulfato de sódio 0,1N num balão volumétrico de 1L; completar com água o volume do balão.

Solução indicadora de amido

Dissolver 1,25 g de amido solúvel em 250 mL de água destilada fervente. Aguardar esfriar e decantar por 24h; retirar o sobrenadante para ser utilizado, preservando-o com 320 mg de ácido salicílico ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$).

Procedimento

- 1) Adicionar 200mL de amostra e transferir para um erlenmeyer de 250mL;
- 2) Ajustar o pH na faixa de 3 a 4 com a adição de 1mL de ácido acético glacial;
- 3) Adicionar 1g de KI;
- 4) Manter por 6 minutos o erlenmeyer no escuro;
- 5) Encher uma bureta de 25mL com $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,001N;
- 6) Iniciar a titulação, vagarosamente até a cor amarelo palha;
- 7) Adicionar algumas gotas de amido;
- 8) Prosseguir a titulação até o ponto final da reação: viragem do azul para o incolor;
- 9) Calcular o cloro residual dissolvido pela fórmula:

$$\text{Mg Cl}_2/\text{L} = V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 0,1773$$

6.7 Cloretos

Geralmente os cloretos estão presentes em águas brutas e tratadas em concentrações que podem variar de pequenos traços até centenas de mg/L. Estão presentes na forma de cloretos de sódio, cálcio e magnésio. A água do mar possui concentração elevada de cloretos que está em torno de 26.000 mg/L.

Concentrações altas de cloretos podem restringir o uso da água em razão do sabor que eles conferem e pelo efeito laxativo que eles podem provocar. O cloreto também aumenta a condutividade elétrica da água e a capacidade de corrosão dos metais nas tubulações, dependendo da alcalinidade da água. Com isso pode haver o aumento da concentração de metais na água de consumo, gerando risco indireto à saúde do consumidor.

A portaria nº 2914/2011 do Ministério da Saúde estabelece o teor de 250 mg/L como o valor máximo permitido para água potável. Os métodos convencionais de tratamento de água não removem cloretos. A sua remoção pode ser feita por desmineralização (deionização) ou evaporação.

Materiais e reagentes

- ✓ Bureta de 100 mL;
- ✓ Proveta de 100mL;
- ✓ Erlenmeyer de 250 mL;
- ✓ Bureta de 50 mL;
- ✓ Solução padrão de AgNO_3 a 0,0141 N;
- ✓ Solução indicadora de K_2CrO_4 a 5%;
- ✓ Solução de NaOH e de H_2SO_4 a 0,05 N;

Procedimento experimental (segundo NBR 5759:1975)

- 1) Adicionar 100 mL da amostra e colocar em um erlenmeyer de 250 mL;
- 2) Verifique, com o papel indicador, se o pH da amostra está entre 7,0 e 10,0. Se estiver fora dessa faixa, faça a correção com solução de NaOH ou de H_2SO_4 de concentração 0,05 N;
- 3) Adicionar 1 mL do indicador K_2CrO_4 a 5%;
- 4) Titular a amostra com solução padrão de AgNO_3 (0,0141 N), até surgir a primeira cor vermelho-tijolo persistente;
- 5) Fazer uma prova em branco (repetição do procedimento usando água destilada);
- 6) Com os dados obtidos, calcular a concentração de cloreto (Cl^-) em mg/L da amostra.

$$\text{mg/L de Cl}^- = \frac{(V_A - V_B) \times 35,46 \times N \times 1000}{\text{mL da amostra}}$$

Onde: V_A = Volume de AgNO_3 gasto na amostra

V_B = vol. de AgNO_3 gasto na prova em branco

6.8 Dureza Total

Característica conferida à água pela presença de sais alcalino-terrosos (cálcio, magnésio, e outros) e de alguns metais, em menor intensidade.

Quando a dureza é devida aos sais bicarbonatos e carbonatos (de cálcio, magnésio, e outros), denomina-se **temporária** ou dureza de carbonatos, pois pode ser eliminada quase totalmente pela fervura ou elevação do pH. As águas duras, em função de condições desfavoráveis de equilíbrio químico, podem incrustar nas tubulações e dificultar a formação de espumas com o sabão (NBR 9896/1993).

Quando é devida a outros sais, denomina-se **permanente** ou dureza de não-carbonatos, sendo causada por cátions associados a outros ânions, como sulfatos, cloretos e nitratos. Não se decompõe pela ação do calor e nem produz incrustações por serem seus sais muito solúveis na água (NBR 9896/1993).

A dureza total é calculada como sendo a soma das concentrações de íons cálcio (Ca^{2+}) e magnésio (Mg^{2+}) na água, expressos como carbonato de cálcio. Outros íons como estrôncio (Sr^{2+}), ferro (Fe^{2+}) e manganês (Mn^{2+}) também conferem dureza à água em menor grau. A dureza de uma água pode ser temporária ou permanente.

A portaria nº 2914/2011 do Ministério da Saúde estabelece para dureza o teor de 500 mg/L em termos de CaCO_3 como o valor máximo permitido para água potável. Considera-se uma água branda quando possui menos de 75 mg CaCO_3/L e é dura, quando possui mais de 150 mg CaCO_3/L de água.

OBS: Alguns estudos sugerem que águas muito brandas podem gerar efeitos adversos no equilíbrio de minerais no organismo.

6.8.1 Princípio do Método titulométrico do EDTA-Na para determinação da Dureza Total

Os íons Ca^{++} e Mg^{++} de uma solução formam um complexo vermelho vinho com o corante negro de eriocromo-T, em pH= 10,0. Pela adição de EDTA-Na à solução colorida, ocorre a formação de um complexo estável e não dissociado do EDTA-Na com íons Ca^{++} e Mg^{++} , separando o corante. Quando a quantidade de EDTA-Na for suficiente para complexar todo o cálcio e magnésio, a solução toma a cor azul original do corante, o que indica o fim da titulação (NBR 12621:1992).

6.8.2 Princípio do Método titulométrico do EDTA-Na para determinação do Cálcio

O EDTA (ácido etilenodiaminotetracético) quando adicionado a uma amostra de água contendo Ca^{++} e Mg^{++} combina principalmente com o cálcio que pode ser determinado diretamente, com o EDTA. Para tanto, deve-se elevar o pH, a fim de precipitar o magnésio como hidróxido, e usar um indicador que se combine somente com o cálcio. Alguns indicadores provocam uma visível troca de cor quando todo o cálcio é complexado pelo EDTA, em pH na faixa de 12-13 (NBR 12621:1992).

Materiais e reagentes

- ✓ Erlenmeyer de 250 mL;
- ✓ Proveta de 100mL;
- ✓ Bureta de 50 mL;
- ✓ Água destilada;
- ✓ Solução de EDTA a 0,01M;
- ✓ Indicador negro de eriocromo T;
- ✓ Solução tampão pH=10 ($\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$).

Procedimento experimental

- 1) Adicionar 100mL de amostra de água e transfira-os para um erlenmeyer de 250 mL,
- 2) Adicionar 1 mL de solução tampão pH=10 ($\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$) para obter pH=10,0;
- 3) Adicionar uma entre 30 a 40mg de indicador negro de eriocromo T;
- 4) Titular com solução de EDTA (0,01M), agitando continuamente até que a cor roxa desapareça e surja uma cor azul;
- 5) Anotar o valor gasto na titulação;
- 6) Fazer uma prova em branco (repetição do procedimento usando água destilada);
- 7) Anotar o volume gasto;
- 8) Calcular a dureza total da amostra como segue:

$$\text{mg CaCO}_3 = (V_A - V_B) \times M \times 100000$$

V_A

Onde: V_A = Volume de EDTA gasto na amostra
 V_B = Volume de EDTA gasto na prova em branco
 M = molaridade do EDTA

Inserir figura fluxograma da análise funasa aqui e em cloro

Figura

<http://objetoseducacionais2.mec.gov.br/bitstream/handle/mec/15475/Determinacao%20da%20dureza%20de%20uma%20agua.pdf?sequence=1>

Observações

1. A ausência de um ponto de viragem definido, geralmente, indica a necessidade de adição de um inibidor ou que o indicador está deteriorado. Caso a água possua interferentes como o Co e Zn é necessário o uso de inibidores como cloridrato de hidroxilamina que é um redutor. Já o Fe^{2+} pode ser reduzido pelo Na_2S .
2. Não leve mais do que 5 minutos para a titulação, medido após a adição da solução tampão.

Dureza de Cálcio e Magnésio

Materiais e reagente

- ✓ Bureta de 50 mL;
- ✓ Erlenmeyer de 250 mL;
- ✓ Pipeta graduada de 10 mL;
- ✓ Solução de EDTA dissódico (EDTA-Na);
- ✓ Indicador murexida sólido;
- ✓ Solução de NaOH (1N)

Procedimento experimental

- 1) Adicionar 100mL de amostra de água e transfira-os para um erlenmeyer de 250 mL;
- 2) Adicione 2mL de NaOH (hidróxido de sódio) 1N a fim de elevar o pH de 12 a 13;
- 3) Adicione 0,2mg da mistura do indicador de murexida (a solução ficará rósea);
- 4) Titule com o EDTA 0,01M até o surgimento de um leve tom púrpura;
- 5) Anotar o volume de EDTA gasto;
- 6) Fazer uma prova em branco (repetição do procedimento usando água destilada);
- 7) Calcule a dureza devida ao íon cálcio pela fórmula:

$$\text{Dureza de Cálcio mg Ca/L} = \frac{(V_A - V_B) \times M \times 100000}{V_A}$$

Onde: V_A = Volume de EDTA gasto na amostra
 V_B = Volume de EDTA gasto na prova em branco
 M = molaridade do EDTA

- 5) A dureza de magnésio é dada pela expressão:

$$\text{Dureza de magnésio} = \text{dureza total} - \text{dureza cálcio}$$