



NORMA TÉCNICA

L5.189

Set/1995
5 PÁGINAS

Águas: determinação de nitrogênio albuminóide - método espectrofotométrico com reativo de Nessler - método de ensaio

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
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>

CETESB	ÁGUAS – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO ALBUMINÓIDE – MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO COM REATIVO DE NESSLER Método de ensaio	L5.189 SET/95
--------	---	----------------------

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documento complementar
- 3 Aparelhagem
- 4 Execução do ensaio
- 5 Resultados

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação de nitrogênio albuminóide em águas naturais e de abastecimento.

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- Guia de coleta e preservação de amostras de água. CETESB, 1988.

3 APARELHAGEM

3.1 Vidraria, materiais e equipamentos

- 3.1.1 Balão de destilação de amônia de 1000 mL.
- 3.1.2 Condensador de Liebig.
- 3.1.3 Béqueres de diversos volumes.
- 3.1.4 Balões volumétricos de diversos volumes.
- 3.1.5 Pipetas graduadas de diversos volumes.
- 3.1.6 Pipetas volumétricas de diversos volumes.
- 3.1.7 Proveta graduada, sem tampa, de 500 mL.
- 3.1.8 Proveta graduada, com tampa, de 50 mL.
- 3.1.9 Bastão de vidro.
- 3.1.10 Pérolas de ebulição.
- 3.1.11 Medidor de pH.
- 3.1.12 Espectrofotômetro uv-visível, para uso a 425 nm.
- 3.1.13 Balança analítica com precisão de 0,1 mg.
- 3.1.14 Chapa de aquecimento.

3.2 Reagentes e soluções

3.2.1 Água destilada e desionizada isenta de amônia.

3.2.2 Solução de hidróxido de sódio 6 N

Dissolver 240 g de hidróxido de sódio, NaOH p.a., em 600 mL de água destilada e desionizada. Esfriar e completar o volume para 1000 mL em balão volumétrico.

3.2.3 Solução de ácido sulfúrico 6 N

Diluir 167 mL de ácido sulfúrico, H₂SO₄ p.a., em 600 mL de água destilada e desionizada. Esfriar e completar o volume para 1000 mL em balão volumétrico.

3.2.4 Solução de hidróxido de sódio 0.1 N

Dissolver 4 g de hidróxido de sódio, NaOH p.a., em 600 mL de água destilada e desionizada e completar o volume para 1000 mL em balão volumétrico.

3.2.5 Solução de tetraborato de sódio

Dissolver 5 g de tetraborato de sódio, Na₂B₄O₇ p.a., ou 9,5 g de Na₂B₄O₇.10H₂O em 1000 mL de água destilada e desionizada.

3.2.6 Solução tampão de borato

Adicionar 88 mL de solução de NaOH 0.1 N (3.2.4) em 500 mL de solução de tetraborato de sódio (3.2.5) e diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada em balão volumétrico.

3.2.7 Reativo de Nessler

3.2.7.1 Solução A

Pesar 61,75 g de iodeto de potássio, KI p.a., e diluir a 200 mL com água destilada e desionizada.

3.2.7.2 Solução B

Pesar 150 g de hidróxido de potássio, KOH p.a., e dissolver com 250 mL de água destilada e desionizada.

3.2.7.3 Solução C

Pesar 31 g de cloreto de mercúrio, HgCl₂ p.a., e preparar uma solução saturada dissolvendo o soluto em 400 mL de água destilada e desionizada à quente.

3.2.7.4 Iodeto de potássio

Pesar 0,75 g de iodeto de potássio, KI p.a., e reservar.

3.2.7.5 Adicionar a Solução C à Solução A vagarosamente até a coloração se tornar vermelha intensa. Temos assim formado o iodeto de mercúrio II, o qual deve ser dissolvido. Para isso, colocamos, na solução de iodeto de mercúrio II, 0,75 g de iodeto de potássio inicialmente reservado (3.2.7.4). Adicionar a Solução B já fria ao iodeto de mercúrio II dissolvido e completar a 1000 mL.

Nota: Utilizar sempre o sobrenadante do reativo de Nessler.

3.2.8 Acetato de chumbo, $Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3 H_2O$ p.a.

3.2.9 Permanganato de potássio alcalino

Dissolver 16 g de permanganato de potássio, $KMnO_4$ p.a., em um béquer de 3000 mL. Adicionar 288 g de hidróxido de sódio, $NaOH$ p.a., ou 404 g de hidróxido de potássio, KOH p.a., e completar o volume a 2500 mL com água destilada e desionizada. Levar à chapa de aquecimento e concentrar até 2000 mL.

3.2.10 Solução-estoque de amônia

Dissolver 3,819 g de cloreto de amônio, NH_4Cl p.a., previamente seco a $100^\circ C$, em água destilada e desionizada. Completar o volume para 1000 mL em balão volumétrico.

Nota: 1 mL da solução contém 1000 μg de N.

3.2.11 Solução-padrão de amônia

Pipetar 10 mL da solução-estoque de amônia (3.2.10) para balão volumétrico de 1000 mL e completar o volume com água destilada e desionizada.

Nota: 1 mL da solução contém 1000 μg de N.

3.2.12 Solução de ácido bórico

Dissolver 10 g de ácido bórico, H_3BO_3 p.a., em água destilada e desionizada e completar o volume a 1000 mL em balão volumétrico.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Princípio do método

A amostra é destilada para remoção de nitrogênio amoniacal. Em seguida, uma nova destilação é feita após adição à amostra de uma solução de permanganato de potássio alcalino, convertendo o nitrogênio albuminóide a nitrogênio amoniacal. A intensidade de cor medida a 425 nm é proporcional à concentração de nitrogênio albuminóide.

4.2 Interferentes

4.2.1 Sulfetos causam turvação na amostra destilada por reação com o reativo de Nessler, e são eliminados pela adição de acetato de chumbo à amostra, antes de iniciar a destilação.

4.3 Procedimento

4.3.1 Adicionar 500 mL da amostra em béquer e ajustar o pH em 9.5 com solução de NaOH (3.2.2) e solução de ácido sulfúrico (3.2.3).

4.3.2 Transferir para o balão de destilação de amônia.

4.3.3 Adicionar 25 mL de solução-tampão de borato (3.2.6).

4.3.4 Destilar cerca de 200 mL.

4.3.5 Aguardar o sistema de destilação esfriar e descartar o destilado.

4.3.6 Adicionar 25 mL de permanganato de potássio alcalino (3.2.9) ao balão de destilação de amônia e homogeneizar.

4.3.7 Continuar a destilação, recolhendo o destilado em balão volumétrico de 250 mL contendo 25 mL de ácido bórico.

Notas: a) Destilar cerca de 200 mL.

b) A saída do destilador deverá estar mergulhada na solução de ácido bórico para evitar contato com os vapores do meio ambiente.

c) Ao desligar o aquecimento, retire imediatamente a saída do condensador do destilado, para evitar o refluxo do sistema.

4.3.8 Completar o volume do destilado com água destilada e desionizada aferindo o volume em 250 mL.

4.3.9 Homogeneizar e retirar uma alíquota de 50 mL para uma proveta de 50 mL graduada com tampa.

4.3.10 Adicionar 2 mL de reativo de Nessler (3.2.7), agitar vigorosamente e deixar em repouso por 30 minutos.

4.3.11 Medir a transmitância a 425 nm, aferindo o espectrofotômetro com a solução relativa à prova em branco.

4.4 Construção da curva de calibração

Preparar soluções-padrão de várias concentrações de nitrogênio albumínico a partir de uma solução intermediária de nitrogênio amoniacal de 10 mg/L N (3.2.11) em balão volumétrico de 500 mL conforme a Tabela.

TABELA

CONCENTRAÇÃO DE NITROGÊNIO ALBUMÍNICO EM mg/L N	mL DE SOLUÇÃO (3.2.11) A SER PIPETADO
0,00 (branco)	-----
0,04	2
0,10	5
0,50	25
1,00	50

4.4.1 Para obtenção da curva de calibração proceder 4.3.1 a 4.3.3.

4.4.2 Destilar cerca de 200 mL de cada solução analítica, recolhendo o destilado em 25 mL de ácido bórico (3.2.12) e completar o volume com água destilada e desionizada para 250 mL em balão volumétrico.

4.4.3 Proceder como 4.3.9 a 4.3.11.

4.4.4 Construir uma curva de calibração de transmitância x mg/L N.

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

b) Elaborar nova curva de calibração cada vez que forem preparados ou utilizados novos reagentes e soluções ou após alguma alteração no aparelho.

5 RESULTADOS

5.1 Expressão do resultado

O resultado final é obtido diretamente da curva de calibração, em mg/L N, multiplicado pelo fator de diluição correspondente, quando necessário.

5.2 Precisão/exatidão

Conforme a 13ª edição de "Standard methods for the examination of water and wastewater", a recuperação de nitrogênio como amina não substituída no nitrogênio albuminóide é de aproximadamente 80%. Os resultados podem ser reproduzidos dentro de $\pm 5\%$ da concentração determinada.