



Ministério da  
**Ciência, Tecnologia  
e Inovação**



sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.20.16.28-NTC

**PROTOCOLO PARA COLETAS, PREPARAÇÃO E  
ANÁLISE DE AMOSTRAS DE ÁGUAS E SOLUÇÕES  
AQUOSAS - LABORATORIO DE AEROSSÓIS,  
SOLUÇÕES AQUOSAS E TECNOLOGIAS - LAQUATEC**

Roberta Lee Maciviero Alcaide  
Maria Cristina Forti

URL do documento original:

[<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B86LMH>](http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B86LMH)

INPE  
São José dos Campos  
2012

**PUBLICADO POR:**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE

Gabinete do Diretor (GB)

Serviço de Informação e Documentação (SID)

Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970

São José dos Campos - SP - Brasil

Tel.:(012) 3208-6923/6921

Fax: (012) 3208-6919

E-mail: pubtc@sid.inpe.br

**CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELLECTUAL DO INPE (RE/DIR-204):****Presidente:**

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

**Membros:**

Dr. Antonio Fernando Bertachini de Almeida Prado - Coordenação Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)

Dr<sup>a</sup> Inez Staciarini Batista - Coordenação Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação Observação da Terra (OBT)

Dr. Germano de Souza Kienbaum - Centro de Tecnologias Especiais (CTE)

Dr. Manoel Alonso Gan - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)

Dr<sup>a</sup> Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)

**BIBLIOTECA DIGITAL:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação de Observação da Terra (OBT)

**REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:**

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)

**EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:**

Vivêca Sant'Ana Lemos - Serviço de Informação e Documentação (SID)



Ministério da  
**Ciência, Tecnologia  
e Inovação**



sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.20.16.28-NTC

**PROTOCOLO PARA COLETAS, PREPARAÇÃO E  
ANÁLISE DE AMOSTRAS DE ÁGUAS E SOLUÇÕES  
AQUOSAS - LABORATORIO DE AEROSSÓIS,  
SOLUÇÕES AQUOSAS E TECNOLOGIAS - LAQUATEC**

Roberta Lee Maciviero Alcaide  
Maria Cristina Forti

URL do documento original:

[<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B86LMH>](http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B86LMH)

INPE  
São José dos Campos  
2012



## **RESUMO**

O Centro de Ciência do Sistema Terrestre do INPE, cuja missão é prover conhecimentos necessários para melhorar e assegurar a sustentabilidade do Planeta Terra, em especial nos aspectos concernentes ao Brasil estabeleceu a linha de pesquisa em Biogeoquímica ambiental, cuja missão é contribuir para a detecção e atribuição de causas das mudanças ambientais bem como com a geração de conhecimentos para subsidiar a elaboração de cenários para mudanças ambientais globais e regionais. Dentro dessa linha, cabe ao Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias, com suas facilidades para análise e preparação de amostras ambientais e desenvolvimento de tecnologias afins, dar suporte, prioritariamente, às pesquisas relacionadas aos temas: Química da atmosfera, Transferências de espécies químicas nas Interfaces de Ecossistemas, Estudos da qualidade de corpos de água interiores e costeiros e Tecnologias Ambientais bem como deposição e emissão de espécies químicas em diferentes escalas geográficas. Dentro desse escopo, este documento tem como objetivo estabelecer um protocolo para coletas, preparação e análises de amostras de água e soluções aquosas a ser utilizado nos procedimentos realizados no Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias.



**SAMPLING, PREPARATION AND ANALYSIS OF SAMPLES OF WATER  
AND AQUEOUS SOLUTIONS- LABORATORY AEROSOLS, AQUEOUS  
SOLUTIONS AND TECHNOLOGIES - LAQUATEC**

**ABSTRACT**

The Earth System Science Center at INPE, whose mission is to contribute with the necessary knowledge to improve and ensure sustainability of the Earth Planet, particularly in aspects concerning to the Brazilian environmental issues has established a research line in Environmental Biogeochemistry whose mission is to contribute with environmental changes detection and causes as well as with knowledge generation to subsidize studies about environmental changes scenarios on global and regional scales. Within this line it was attributed to the Laboratory of Aerosols, Aqueous solutions and Technologies, with its facilities for environmental samples analysis, preparation and related technologies development, the mission to give support primarily, to researches related to the themes: Atmospheric Chemistry, Chemical transfers at Terrestrial and aquatic Ecosystems interfaces, continental and coastal water bodies studies and environmental technologies as well as chemicals deposition and emission at different scales. Within this scope, this document aims to establish a protocol for sampling, preparation and analysis of water samples and aqueous solutions to be used in the procedures performed at the Laboratory of Aerosol Aqueous Solutions and Technologies.





## LISTA DE FIGURAS

|                                                              | <b><u>Pág.</u></b> |
|--------------------------------------------------------------|--------------------|
| Figura B.1. Conjunto de sistemas de filtração em série. .... | 14                 |



## LISTA DE TABELAS

|                                                                             | <b><u>Pág.</u></b> |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| Tabela 3.1 – Lista de checagem para trabalhos em campo.....                 | 3                  |
| Tabela 4.1: Preservação de amostras de acordo com a análise química. ....   | 7                  |
| Tabela D.1: Modelo de tabela para as leituras de pH em campo.....           | 17                 |
| Tabela D.1: Soluções tampão de ftalato ácido de potássio-hidróxido de sódio | 24                 |
| Tabela E.2: Soluções tampão de fosfato de potássio-hidróxido de sódio ..... | 25                 |



## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

|               |                                                          |
|---------------|----------------------------------------------------------|
| $\mu\text{L}$ | Microlitro                                               |
| $\mu\text{M}$ | Micromolar                                               |
| AAS           | Espectrometria de Absorção Atômica                       |
| IC            | Cromatografia Iônica                                     |
| LAQUATEC      | Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias |
| M             | Concentração molar                                       |
| mmol          | Milimolar                                                |
| N             | Concentração normal                                      |
| TOC           | Carbono Orgânico Total                                   |
| DOC           | Carbono orgânico dissolvido                              |
| TN            | Nitrogênio Total                                         |



## SUMÁRIO

|                                                                                     | <u>Pág.</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| 1 Introdução .....                                                                  | 1           |
| 2 Plano de amostragem .....                                                         | 2           |
| 2 .1 Planejamento .....                                                             | 2           |
| 2.2 Amostras .....                                                                  | 2           |
| 3 Coleta de amostras e procedimentos de campo .....                                 | 2           |
| 3.1 Coletas das Amostras .....                                                      | 2           |
| 3.2 Parâmetros medidos em campo.....                                                | 4           |
| 4 Separação e preservação de alíquotas a partir da amostra do campo .....           | 5           |
| 5 Identificação da amostra .....                                                    | 9           |
| 5.1. Documentação .....                                                             | 9           |
| 5.2 Acondicionamento e transporte das amostras .....                                | 10          |
| Apêndice B: Filtração da amostras.....                                              | 14          |
| Apêndice C: Cuidados com o eletrodo para medição de pH.....                         | 16          |
| Apêndice D: Medição da alcalinidade - Titulação de Gran.....                        | 17          |
| Apêndice E: Preparação de algumas soluções utilizadas .....                         | 24          |
| E.1. Padrões de pH .....                                                            | 24          |
| E.1.1 Preparação da solução ftalato de potássio ácido ( $C_8H_5O_4K$ ) 0,1 M: ..... | 24          |
| E.1.2 Preparação de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M: .....                          | 24          |
| E.1.3 Preparação da solução fosfato de potássio ( $H_2KPO_4$ ) 0,1 M: .....         | 24          |
| E.2 Solução interna do eletrodo: Cloreto de potássio (KCl) 3 M: .....               | 25          |
| E.3 Soluções de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) .....                                 | 25          |
| E.3.1 Solução ácido sulfúrico 1 N.....                                              | 25          |
| E.3.2 Solução ácido sulfúrico $10^{-2}$ N .....                                     | 25          |
| E.3.3 Solução ácido sulfúrico $10^{-4}$ N.....                                      | 26          |





## 1 Introdução

Este documento tem como objetivo a uniformização, através de procedimentos operacionais padrão, da realização da coleta, armazenamento e transporte de água para análises ambientais, orientando os pesquisadores e técnicos que atuam em projetos de pesquisas que envolvam as atividades ligadas ao LAQUATEC na preparação de soluções aquosas para dosagem de espécies químicas no laboratório e na medida de alguns parâmetros de campo.

Como em qualquer análise laboratorial, a coleta das amostras de forma adequada é essencial para garantir a representatividade e, conseqüentemente, resultados confiáveis. A análise química de soluções aquosas em laboratório não é, em geral, uma atividade complexa, uma vez que as espécies químicas de interesse já estão em solução. Entretanto, essas análises não são simples como parecem. Existem muitos problemas que podem contribuir para que os resultados analíticos não sejam satisfatórios. Assim, certos cuidados devem ser tomados para que contaminações sejam minimizadas e para que as espécies químicas sejam estabilizadas em solução.

Os tipos de frascos a serem utilizados para coleta e estocagem de amostras devem ser escolhidos cuidadosamente, de acordo com o tipo de amostra a ser coletada e dos parâmetros a serem investigados. A limpeza de frascos e tampas é também de grande importância para impedir a introdução de contaminantes nas amostras. Cuidados especiais devem ser tomados ao escolher os materiais de limpeza a serem utilizados para evitar a utilização de materiais cuja composição contenha os analitos a serem determinados na amostra. Além disso, o intervalo de tempo entre a amostragem e as análises pode alterar a sua composição inicial, principalmente quando estas análises são quantitativas, ou seja, relacionadas à concentração de analitos em pequenas concentrações. Dessa forma, o planejamento da coleta de ser cuidadoso, de forma a fornecer a quantidade suficiente de amostra para a realização de todos os testes pretendidos.

Todos os parâmetros descritos neste protocolo são direcionados para soluções que estão em equilíbrio com pressão atmosférica, excluindo-se, portanto, as águas subterrâneas, que requerem cuidados especiais (uma vez que a condição redox e de equilíbrio com o  $CO_2$  são modificadas substancialmente quando essas amostras são retiradas das condições do aquífero).

## **2 Plano de amostragem**

### **2.1 Planejamento**

O planejamento da amostragem tem como objetivo definir as atividades de coleta, preservação, manipulação e transporte das amostras, de forma a garantir todas as informações de interesse com precisão.

Nesta fase de planejamento, devem-se detalhar os procedimentos de coleta das amostras, considerando os métodos de análises que serão empregados, bem como prever recursos financeiros, materiais e humanos necessários para a realização da amostragem.

Algumas informações são essenciais para um bom planejamento, tais como a determinação cuidadosa dos pontos de coleta e estabelecimento de uma rota, levando em conta a disponibilidade de tempo do laboratório para a realização das análises e prazos de preservação das amostras.

### **2.2 Amostras**

De acordo com a NBR ISO/IEC 17.025 (2001) a amostragem é um procedimento definido, pela qual uma parte da substância, material ou produto é retirada para produzir uma amostragem representativa do todo, para ensaio ou calibração.

## **3 Coleta de amostras e procedimentos de campo**

### **3.1 Coletas das Amostras**

É recomendada a criação de uma lista de checagem antes da partida para a coleta das amostras em campo, para evitar que a equipe responsável pela coleta não possa realizá-la devido à falta de algum equipamento ou material durante o trabalho de campo. A Tabela 3.1 é um exemplo de uma lista de checagem, contendo alguns equipamentos e materiais importantes para a amostragem de águas.

Os procedimentos de coleta de amostras devem ser seguidos segundo as necessidades da pesquisa. Nesta seção são descritos os cuidados que devem ser tomados com os recipientes coletores e frascos de armazenagem para que as contaminações sejam minimizadas.

Tabela 3.1 – Lista de checagem para trabalhos em campo.

| LISTA DE EQUIPAMENTOS            | CHECK | LISTA DE EQUIPAMENTOS                  | CHECK |
|----------------------------------|-------|----------------------------------------|-------|
| <b>Documentação</b>              |       | <b>Acondicionamento e transporte</b>   |       |
| Plano de monitoramento           |       | Gelo ou gelo reciclável                |       |
| Mapas apropriados da área        |       | Material de embalagem                  |       |
| Caderno de campo/ficha de coleta |       | Fita adesiva (vedação de caixas)       |       |
| Canetas e lápis, relógio         |       | Etiquetas de identificação/lacres      |       |
| <b>Equipamentos de coleta</b>    |       | <b>Equipamentos de segurança</b>       |       |
| Haste de coleta                  |       | Kit de primeiros socorros              |       |
| Coletor de profundidade          |       | Óculos de sol/proteção                 |       |
| Frascos de coleta                |       | Botas de cano alto impermeáveis        |       |
| Medidores de campo               |       | Água potável                           |       |
| Caixa de luvas                   |       | Capa de chuva                          |       |
| Etiquetas de identificação       |       | Filtro solar/repelente                 |       |
| Termômetro digital portátil      |       | Colete salva-vidas                     |       |
| pHmetro digital portátil         |       | <b>Outros</b>                          |       |
| <b>Descontaminação</b>           |       | Máquina fotográfica digital/carregador |       |
| Álcool 70%                       |       | GPS e baterias                         |       |
| Esponja e escova                 |       | Confirmação de acesso                  |       |
| Solução detergente               |       | barcos                                 |       |
| Água deionizada                  |       | Outros materiais específicos           |       |
| Papel absorvente                 |       |                                        |       |

### 3.1.1 Frascos coletores.

O material dos frascos coletores podem sofrer pequenas variações dependendo do tipo de amostragem e das análises químicas pretendidas. Os frascos coletores devem ser resistentes, sempre em material inerte. Podem ser vidro borosilicato, vidro borosilicato âmbar, de polietileno ou de polipropileno. As tampas devem ser do tipo auto-lacráveis, para proporcionar uma boa vedação e maior confiabilidade na amostra. No LAQUATEC são utilizados frascos de polietileno de alta densidade com tampas auto-lacráveis.

Para cada ponto de coleta devem ser utilizados sempre os mesmos recipientes, alternadamente. Os recipientes coletores devem ser sempre enxaguados abundantemente com água destilada, a cada troca. Em função do local, é aconselhável que sejam substituídos por recipientes novos, periodicamente.

Convém levar frascos adicionais ao programado, pois podem ocorrer contaminações ou vazamento, obrigando à substituição do frasco coletor e, em alguns casos a repetição da coleta. Evitar tocar na parte interna dos frascos coletores ou no material de coleta (como tampas), bem como evitar deixá-los expostos a poeira, fumaça e outras impurezas, que possam ser fontes de contaminação de amostras.

Recomenda-se aos técnicos coletores não fumar, falar ou comer durante o procedimento de coleta de amostras. Deve-se também adotar a utilização de Equipamentos de Proteção Individual (EPI's), como luvas, botas, avental, máscara, óculos, etc. visando à proteção contra contaminação das amostras e também dos técnicos coletores (no caso de águas com suspeita de contaminação). Deve-se usar um par de luvas para cada ponto de coleta e, no caso de análises químicas, as luvas não deverão ser lubrificadas com talco. Os frascos coletores devem permanecer abertos somente o tempo necessário para o seu preenchimento e devem ser protegidos da ação direta da luz solar.

Com relação à descontaminação dos frascos quando da primeira instalação e/ou utilização no campo, os frascos devem ser descontaminados segundo o procedimento descrito na próxima seção.

### **3.1.2 Descontaminação de recipientes.**

Em geral, esse procedimento é utilizado quando os recipientes são nacionais. No caso de frascos da marca *Nalgene* basta um bom enxágüe com água deionizada. Entretanto, no caso de reaproveitamento destes frascos, o procedimento de descontaminação deve ser seguido na íntegra.

Os frascos coletores devem ser lavados com uma solução de sabão neutro extran (Merck). Em seguida, deixar os recipientes coletores imersos em uma solução de ácido nítrico 1% em volume, por 24h. Essa solução pode ser reaproveitada desde que manuseada com cuidado para que não haja diluição da mesma.

Após esse período, os recipientes coletores devem ser enxaguados com água destilada, com cinco vezes o volume do recipiente. O último enxague deve ser feito com água deionizada

### **3.2 Parâmetros medidos em campo**

Dependendo do tipo de amostragens, alguns parâmetros são medidos durante a coleta, como determinação do pH e da temperatura. As determinações de campo devem ser realizadas em frascos diferentes daqueles que serão enviados ao laboratório, evitando possíveis contaminações. Para determinação de pH, quando possível, deve ser utilizado pHmetro portátil ou papel de pH de boa qualidade. Para a determinação da temperatura deve-se utilizar um termômetro digital portátil com certificado de calibração ou termômetro calibrado com escala entre 0°C e 50 °C. Além das determinações já citadas, é

possível a realização das seguintes análises: turbidez, condutividade e oxigênio dissolvido.

**OBS:**

1. Todos os equipamentos a serem utilizados em campo devem estar calibrados e com certificado de calibração emitido por órgão competente. O técnico coletor não deve esquecer as soluções de calibração dos equipamentos.
2. Lembrar que os medidores de campo não fornecerão resultados precisos a menos que sejam calibrados antes de sua utilização. Em particular, oxigênio dissolvido, pH e turbidez frequentemente, variam durante o dia. É recomendado que a calibração seja feita antes de cada evento de amostragem.
3. O oxigênio dissolvido (OD) é uma medida da quantidade de oxigênio disponível dentro de um corpo d'água e é medido em uma escala de 0 a 20 mg.L<sup>-1</sup> ou em porcentagem de saturação. O OD pode ser medido através da utilização de medidores portáteis ou por titulação.
4. Vários analitos como cálcio, nitrito, nitrogênio amoniacal, fluoreto, etc. podem ser medidos em campo através de medidores eletrônicos, e são apropriados para situações onde a concentração destes analitos é alta, mas pode estar sujeita a interferência de outras substâncias. É conveniente que estes parâmetros medidos em campo sejam comparados aos analisados no laboratório posteriormente. (Manual técnico para coleta de amostras de água, 2009)

Normalmente, os parâmetros medidos no campo são o pH, a condutividade elétrica, a alcalinidade, a temperatura, o potencial redox (e.g. Eh) e o oxigênio dissolvido. As medidas de pH devem ser feitas preferencialmente no campo, pois a perda de CO<sub>2</sub> muda o equilíbrio, alterando o valor de pH. Caso não seja possível, a medida pode ser feita até 24h após a coleta, desde que os recipientes coletores estejam bem fechados e ao abrigo de luz e do calor. No apêndice B são fornecidas algumas soluções utilizadas para a realização das medidas de pH e alcalinidade, bem como os cuidados que devem ser tomados com os eletrodos utilizados para a realização destas medidas.

#### **4 Separação e preservação de alíquotas a partir da amostra do campo**

A quantidade de amostra a ser coletada em campo é determinada pela quantidade de amostra necessária para cada tipo de análise. Durante os trabalhos de campo desenvolvidos pelo LAQUATEC geralmente são coletados

500 ml de amostra de cada ponto de coleta para, posteriormente, em laboratório, as amostras serem divididas para cada tipo de análise.

As alíquotas de amostras para a análise química em laboratório devem ser separadas sabendo-se quais serão as espécies químicas que serão dosadas e a quantidade necessária para cada método empregado. No Apêndice A são descritas as quantidades para a divisão das alíquotas a serem analisadas no LAQUATEC. Todos os frascos utilizados para armazenamento de amostras devem ser previamente descontaminados, exceto se já forem adquiridos limpos (e.g. da Marca *Nalgene*).

O tipo de frasco para armazenagem deve ser escolhido de acordo com os parâmetros a serem medidos. Amostras para análise de cátions podem ser armazenadas em frascos de polietileno comum, para os ânions é necessário polietileno de alta densidade; amostras para análise de orgânicos devem ser armazenadas em frascos de vidro âmbar ou polietileno de alta densidade.

Para todos os tipos de análise é necessária filtração prévia das amostras para a retirada de possíveis materiais particulado em suspensão. No LAQUATEC as amostras são filtradas em filtros de membrana com 0,22 µm de poro com a finalidade de, além de separar a fração solúvel, esterilizar as amostras pois esse procedimento elimina também bactérias (geralmente maiores do que 0,2 µm). Para o procedimento de filtração é utilizado um sistema de filtração a vácuo (Apêndice B). Para retirada de colóides é necessário filtrar em filtros com diâmetro de poro de 0,1 µm.

Nas alíquotas onde será realizada dosagem de cátions e ânions por cromatografia iônica, as amostras devem ser filtradas em filtros com diâmetro de poro de 0,22 µm para a separação de possíveis materiais em suspensão, moléculas orgânicas, microorganismos e sementes de fungos (para impedir o desenvolvimento de fungos no interior da coluna danificando-a) e proteger o sistema de injeção do cromatógrafo de íons. É recomendado o uso de filtros de acetato de celulose, de 25 cm de diâmetro e com 0,22 µm.

No caso de alíquotas para determinação de espécies orgânicas (determinação de carbono e nitrogênio total via TOC/TN) é recomendado que o procedimento de filtração seja feito em filtros de fibra de vidro previamente calcinados.

Após a separação em alíquotas específicas para cada análise, é necessário preservar cada alíquota (para estabilização química) de acordo com as espécies químicas a serem dosadas. As técnicas de preservação são importantes para minimizar as alterações das amostras. Alguns métodos de preservação estão descritos a seguir:

- a. **Congelamento:** método utilizado para aumentar o intervalo de tempo entre a amostragem e a análise, para a maior parte dos parâmetros de composição química (há perda de gases dissolvidos).

**b.Refrigeração:** manter as amostras entre 1 e 4 °C preserva a maioria das características físicas, químicas e biológicas a curto prazo (menos que 24 horas) sendo recomendado para todas as amostras entre a coleta e a entrega ao laboratório. O gelo pode ser usado para resfriar rapidamente as amostras para 4 °C antes do transporte. Barras de gelo reutilizáveis são preferidas ao gelo solto, pois o gelo nunca deve entrar em contato direto com as amostras.

**c.Adição de agentes químicos:** é um método de preservação mais conveniente, quando possível, pois oferece maior grau de estabilização da amostra e por um tempo maior de estocagem.

As recomendações quanto ao tipo de frasco coletor, forma de preservação e prazo entre a coleta e a análise para os parâmetros de maior interesse são apresentados na Tabela 4.1.

Todas as amostras devem ser armazenadas, após a preservação apropriada, em geladeira a 4 °C. Caso ocorra algum imprevisto e as amostras tenham que ser armazenadas por um período maior, recomenda-se monitorar um grupo de amostras, principalmente para as espécies menos estáveis como o nitrato.

Tabela 4.1: Preservação de amostras de acordo com a análise química.

| Parâmetros           | Frascos                             | Preservação                                                             | Prazo                                       |
|----------------------|-------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|
| Alcalinidade         | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                       | Água limpa: 14 dias<br>Água poluída: < 24 h |
| Alumínio             | Vidro, polietileno ou polipropileno | HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                            | 6 meses                                     |
| TOC                  | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C.<br>HCl ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < 2 | 28 dias                                     |
| Cianeto              | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C,<br>NaOH para pH>12                                   | 14 dias                                     |
| Cloreto              | Vidro, polietileno ou polipropileno | Não é necessário                                                        | Análise imediata                            |
| Cobre                | Vidro, polietileno ou polipropileno | HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                            | 6 meses                                     |
| Condutividade        | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                       | 24 h                                        |
| Cor                  | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                       | 48 h                                        |
| Cromo Total          | Vidro, polietileno ou polipropileno | HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                            | 6 meses                                     |
| Cromo 6 <sup>+</sup> | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                       | 24 h                                        |
| Cromo 3 <sup>+</sup> | Vidro, polietileno ou polipropileno | HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                            | 6 meses                                     |
| DBO5                 | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                       | 48 h                                        |
| DQO                  | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C.<br>H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < 2        | 28 dias                                     |

| Parâmetros                                 | Frascos                             | Preservação                                                                              | Prazo                            |
|--------------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| Dureza total                               | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C, HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                          | 7 dias                           |
| Dureza Cálcio                              | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C, HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                          | 7 dias                           |
| Dureza Magnésio                            | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C, HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                          | 7 dias                           |
| Fenóis                                     | Vidro                               | Refrigeração 4 °C. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < 2                            | 28 dias                          |
| Ferro                                      | Vidro, polietileno ou polipropileno | HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                                             | 6 meses                          |
| Fluoreto                                   | Vidro, polietileno ou polipropileno | Não é necessário                                                                         | 28 dias                          |
| Fósforo reativo                            | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < 2                            | 28 dias                          |
| Manganês                                   | Vidro, polietileno ou polipropileno | HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                                             | 6 meses                          |
| Nitrogênio Amoniacal                       | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < 2                            | 24 h                             |
| Nitrito                                    | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                                        | 48 h                             |
| Nitrogênio Total                           | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < 2                            | 28 dias                          |
| O <sub>2</sub> consumido em H <sup>+</sup> | Vidro                               | Refrigeração 4 °C. HCl para pH < que 2                                                   | 4 a 8 h                          |
| Óleos e Graxas                             | Vidro                               | Refrigeração 4 °C. HCl ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para pH < 2                     | 24 h                             |
| O <sub>2</sub> dissolvido                  | Vidro                               | Refrigeração 4 °C. HCl para pH < 2                                                       | 4 a 8 h                          |
| pH                                         | Vidro, polietileno ou polipropileno | -----                                                                                    | Análise imediata                 |
| Resíduo Mineral                            | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                                        | 7 dias                           |
| Sulfato                                    | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                                        | 28 dias                          |
| Sulfetos                                   | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C adicionar Acetato de zinco +Hidróxido de sódio para pH.9 ph 6,0 - 9,0  | 7 dias                           |
| Surfactantes                               | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                                        | 48 h                             |
| Turbidez                                   | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C                                                                        | 48 h                             |
| Zinco                                      | Vidro, polietileno ou polipropileno | HCl ou HNO <sub>3</sub> para pH < 2                                                      | 6 meses                          |
| Coliformes totais e fecais                 | Vidro, polietileno ou polipropileno | Refrigeração 4 °C 0,008 % Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – águas cloradas | 8 h preferência não exceder 24 h |

Fonte: Metodologia inclusa na 21ª Edição do Standard Methods for Examination of Waters and Wastewater (2005) e USEPA (1998).



## 5 Identificação da amostra

Sempre que possível, os pontos de coleta devem ser descritos detalhadamente na ficha de coleta, incluindo, por exemplo, coordenadas, condições meteorológicas no dia da coleta e nas últimas vinte e quatro horas, utilização da água (recreação, abastecimento, irrigação, etc.).

De acordo com as normas do LAQUATEC, as amostras devem ser identificadas com sua origem, data e tipo de preservação, com o objetivo de evitar equívocos na manipulação das mesmas. É aconselhável que a identificação nas etiquetas seja feita lápis HB, recobertas com fita adesiva transparente, para evitar que a identificação borre ou se solte durante o transporte e período de armazenagem.

### 5.1. Documentação

Todos os procedimentos de coleta devem ser documentados, através das fichas de coleta, fotos e relatórios. A localização de cada ponto de coleta, se possível, deve ser adquirida através da utilização de um GPS (*Global Positioning System* – Sistema de Posicionamento Global).

A ficha de coleta deve conter as seguintes informações:

- a. Código de identificação;
- b. Autoridade solicitante;
- c. Identificação do ponto de coleta e sua localização;
- d. Procedência da amostra (rio, lago, efluente, etc);
- e. Profundidade em que a amostra foi coletada
- f. Condições climáticas no momento da coleta e no período imediatamente anterior;
- g. Parâmetros analisados em campo e seus resultados;
- h. Parâmetros a serem analisados em laboratório;
- i. Espaço para anotar as alterações sobre qualquer ocorrência relacionada à amostragem e informações de importância para a interpretação dos resultados analíticos.

A ficha de coleta deverá sempre acompanhar as amostras quando enviadas ao laboratório.

É importante que o técnico coletor tome cuidado na transcrição da identificação da amostra para a ficha de coleta para que não existam trocas na identificação.

## **5.2 Acondicionamento e transporte das amostras**

Após o procedimento de amostragem, as amostras devem se acondicionadas de forma adequada, para evitar a contaminação das mesmas, e transportadas para o laboratório respeitando o tempo necessário para a análise química ocorrer dentro do prazo de validade da amostra.

As amostras devem ser transportadas em caixas térmicas. Geralmente o transporte é feito à temperatura de  $-4^{\circ}\text{C}$ . Caso não exista a possibilidade do uso de caixas térmicas, o transporte poderá ser feito em caixas de isopor com gelo reciclável, evitando o contato direto entre o gelo e as amostras (garrafas pet são excelentes recipientes para fazer gelo).

Alguns procedimentos básicos devem ser seguidos para o transporte das amostras:

- a. Colocar os frascos coletores na caixa de transporte de tal maneira que fiquem firmes durante o transporte;
- b. Caso ocorra a utilização de gelo comum para o transporte, certificar-se de que os frascos coletores, ao final do transporte, não fiquem submersos na água formada, aumentando o risco de contaminação.
- c. Evitar colocar frascos de uma mesma amostra em caixas diferentes.

## Referências Bibliográficas

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR ISO/IEC 17025**: requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2001. 20 p.

**Manual Técnico para coleta de Amostras de Água**. Florianópolis, 2009. Disponível em:  
< [http://portal.mp.sc.gov.br/portal/conteudo/cao/cme/atividades/recursos\\_hidricos/manual\\_coleta\\_%C3%A1gua.pdf](http://portal.mp.sc.gov.br/portal/conteudo/cao/cme/atividades/recursos_hidricos/manual_coleta_%C3%A1gua.pdf)>. Acesso em: 06 nov 2011.

## **Apêndice A. Alíquotas normalmente separadas para envio para o laboratório.**

Anotar previamente os códigos nos frascos a serem utilizados. Essas alíquotas, com as respectivas indicações, deverão ser registradas no caderno de laboratório. No caso de pouco volume de amostra procurar priorizar em função das necessidades analíticas procurando alternar para diferentes coletas.

Dependendo dos objetivos do trabalho é utilizada uma amostra filtrada para dosagem das espécies químicas em solução e uma alíquota sem filtrar para dosagem da quantidade total de cada espécie química.

Geralmente, para cada análise completa são necessários, para cada uma dessas alíquotas, as seguintes sub-alíquotas:

- 50 ml (frasco de polietileno) preservada com 1 % em volume de ácido nítrico ultra-puro (65 %, 1,4 kg.L<sup>-1</sup>) para a análises dos metais por plasma ou outra técnica espectrofotométrica).

- 30 ml (frasco polietileno alta densidade ou escuro de vidro) sem preservante: análise dos ânions e cátions maiores (congelar<sup>1</sup> até o momento da análise).

---

<sup>1</sup> Deixar espaço no frasco para o gelo expandir.

•50 ml<sup>2</sup> (frasco de vidro âmbar ou polietileno de alta densidade):  
TOC/TN, DOC.

---

<sup>2</sup> No caso de amostra com alto teor de TOC (colóides), separar cerca de 50 ml do filtrado em 0,22 µm para filtrar em 0,01 µm (utilizar o mesmo sistema). Armazenar em frascos de polietileno de 30 ml, preservar com 1 % em volume com ácido nítrico ultrapuro: análise do alumínio e ferro. A amostra será filtrada em filtros de fibra de vidro (GF/F, porosidade nominal de 0,7 µm) e armazenadas em frascos de vidro com tampas revestidas com teflon internamente (ambos, filtros e frascos, pré-calcinados a 500 °C por 5 horas).

•**OBS:** Bactericida Timol interfere na medida de Na por cromatografia a líquido.

## Apêndice B: Filtração da amostras

O aparato para a filtração é composto por:

- 1 kitassato de vidro ou polietileno com capacidade de 500 ml;
- 1 suporte de nylon para o filtro com o recipiente para a amostra acoplada
- 1 uma bomba de vácuo manual

O esquema desse aparato é mostrado na Figura A.1.



Figura B.1. Conjunto de sistemas de filtração em série. Fonte: M.C.Forti

Normalmente são utilizados filtros de membrana com 0,22  $\mu\text{m}$  e 0,01  $\mu\text{m}$  de diâmetro de poro, quando são determinadas as espécies químicas em solução.

Os filtros com 0,01  $\mu\text{m}$  de diâmetro são utilizados para amostras com alto teor de matéria orgânica para eliminar toda a fração coloidal. Em amostras claras, com pouca ou nenhuma matéria orgânica basta o filtro com 0,22  $\mu\text{m}$  de diâmetro de poro. Além disso, os filtros com diâmetro 0,22  $\mu\text{m}$  eliminam microorganismos estabilizando biologicamente a amostra.

Antes de cada filtração proceder da seguinte forma:

Lavar o kitassato e o suporte do filtro com muita água deionizada (pelo menos 5 vezes o volume do recipiente).

Montar o sistema colocando um filtro (com cuidado para não romper a membrana) e passar um volume de água deionizada necessário para "lavar"<sup>3</sup> o filtro. Jogar fora essa água. Filtrar cerca de 50 ml de amostra (o mínimo de volume de amostra suficiente para molhar o filtro), desprezar essa amostra e iniciar o processo de filtração. A cada 10 filtros é necessária a preparação de brancos da água utilizada para lavar o filtro utilizando o mesmo procedimento de separação de alíquotas para as amostras.

Em casos em que for necessário armazenar o material retido no filtro, medir o volume total do filtrado, isto é, todo o volume de amostra que atravessou o filtro.

Após a filtração, desmontar o sistema e remover com cuidado o filtro, colocando o em uma caixa devidamente identificada com o código da amostra filtrada. Deixar o filtro secar ao ar por 48 horas antes de vedar a caixa. Da solução filtrada serão separadas as diferentes alíquotas.

---

<sup>3</sup> A cada lote de filtros, fazer brancos para verificar qual é o volume de água deionizada necessário para eliminar resíduos de impurezas nos filtros, após essa determinação proceder à montagem e procedimento de filtragem.

## Apêndice C: Cuidados com o eletrodo para medição de pH

As instruções do fabricante do eletrodo devem sempre ser seguidas. Entretanto, como são utilizadas soluções com baixa atividade iônica, o eletrodo deve ser monitorado a cada 2 semanas, utilizando uma solução com atividade equivalente. Esse monitoramento é feito através da determinação do pH de uma solução  $10^{-4}$  N de ácido sulfúrico (Apêndice D). O pH dessa solução deverá ser  $4,03 \pm 0,2$ . As leituras devem ser armazenadas para acompanhar a história do eletrodo. Sempre que houver necessidade de testar o eletrodo, uma nova solução deve ser preparada. Se a leitura do pH dessa solução apresentar uma diferença menor do que 0,2 unidades de pH provavelmente o eletrodo não está funcionando direito. Limpar a junção e a solução interna, se ainda não funcionar provavelmente o eletrodo está defeituoso. Se o eletrodo demorar para estabilizar, a junção deve ser limpa, se o problema persistir, o eletrodo deve estar vencido (se estiver na garantia solicitar substituição).

Eletrodos com solução interna de *KCl* devem ser examinados regularmente para evitar a formação de cristais: a solução deve ser filtrada para eliminar os microcristais. Quando for efetuar medidas, o orifício superior do eletrodo deve ser aberto para permitir o fluxo do *KCl*. Fechar após a medida. O eletrodo deve ser armazenado em um béquer com uma solução de *KCl* 3 molar. O nível da solução interna do eletrodo deve estar sempre acima do nível da solução do béquer. Antes de iniciar as medidas de pH, verificar se existe presença de bolhas de ar no bulbo. A presença destas bolhas atrapalha o fluxo de *KCl*, que deve ser constante. As medidas devem se efetuadas sempre seguindo as instruções do manual que acompanha o equipamento.



## Apêndice D: Medição da alcalinidade - Titulação de Gran

As soluções a serem tituladas, bem como os tampões e a solução titulante devem ser mantidas à mesma temperatura e não muito diferente daquela no campo. Separar 50 ml de solução a ser titulada e uma micropipeta de 50  $\mu\text{L}$  (0,05 ml). Utilizar como solução titulante uma solução  $10^{-2}\text{N}$  de ácido sulfúrico (Apêndice E).

O pHmetro deve ser calibrado com a utilização dos padrões 4,0 e 6,8, sempre seguindo o manual do equipamento. Após a calibração, enxaguar o eletrodo com água-deionizada e iniciar a titulação.

Colocar o béquer com a solução a ser titulada sobre o agitador magnético e agitar na velocidade mais baixa. Mergulhar o eletrodo nessa solução e fazer a primeira leitura. Adicionar a solução do ácido de 50 em 50  $\mu\text{L}$  até que o pH da solução alcance o valor de 3,0 unidades (esse valor é determinado em função da solução a ser titulada: quando a pH não se altera facilmente a menos que se coloque um grande quantidade de ácido, cerca de 5 ml).

Anotar as leituras, montando uma tabela como a Tabela D.1. Para cada 50  $\mu\text{L}$  de solução de ácido sulfúrico adicionado ler e anotar o valor do pH, com três algarismos significativos. Fazer a tabela para cada amostra titulada.

Tabela D.1: Modelo de tabela para as leituras de pH em campo.

| Incremento de volume adicionado na amostra ( $\mu\text{L}$ ) | $\Delta V_i$ (ml) | pH   |
|--------------------------------------------------------------|-------------------|------|
| 0,0                                                          | 0,0               | 5,94 |
| 50                                                           | 0,05              | 5,84 |
| 50                                                           | 0,10              | 5,66 |
| 50                                                           | 0,15              | 5,42 |
| 50                                                           | 0,20              | 5,08 |
| 50                                                           | 0,25              | 4,78 |
| 50                                                           | 0,30              | 4,54 |
| 50                                                           | 0,35              | 4,38 |
| 50                                                           | 0,40              | 4,27 |
| 50                                                           | 0,45              | 4,18 |
| 50                                                           | 0,50              | 4,08 |
| 50                                                           | 0,55              | 4,03 |
| 100                                                          | 0,65              | 3,91 |
| 100                                                          | 0,75              | 3,83 |
| 150                                                          | 0,90              | 3,76 |

O cálculo da alcalinidade é efetuado através da determinação da função F (Função de Gran), segundo a Equação D.1:

$$F = m * \Delta V_i + k \quad (D.1)$$

Onde :

pH → valor de pH lido

$\Delta V_i$  → volume total acrescentado

F é definido pela Equação D.2:

$$F = 10^{-pH} (V_0 + \Delta V_i) \quad (D.2)$$

Sendo  $V_0 = 50$  ml (neste caso)

Depois de completar a titulação fazer o gráfico de F versus  $\Delta V_i$  (como mostrado no Exemplo D.1). Efetuar a regressão linear entre F e  $\Delta V_i$  com  $\Delta V_i$  como a variável x na curva de regressão:

Utilizar uma calculadora ou planilha (por ex. Excel) para o cálculo dos parâmetros da regressão: o coeficiente de correlação (COR), a inclinação da reta (m) e a constante (k). A partir desta reta e da Equação D.3, calcular o valor  $x_f$ , que é a quantidade necessária da solução ácida para neutralizar os ânions fracos e os hidróxidos de alumínio presentes na solução.

$$x_f = -k/m \quad (D.3)$$

Onde:

$x_f$  → é o valor de  $\Delta V_i$  para o qual  $F = 0$

Com o valor de  $x_f$  calculado, o valor a alcalinidade pode ser determinado, segundo a Equação D.4

$$Alcalinidade(\mu Eq/L) = \frac{x_f * Normalidade(sol.ácida) * 10^6}{V_0} \quad (D.4)$$

**OBS:** O valor de  $x_f$  pode ser calculado diretamente, invertendo-se as variáveis da relação de Gran; através do gráfico, verificar a partir de qual valor de  $\Delta V_i$  a

relação se torna aproximadamente uma linha reta (relação linear). Efetuar a regressão linear entre  $F$  e  $\Delta V_i$  a partir desse ponto fazendo  $\Delta V_i$  ser a variável  $y$  na curva de regressão. O valor de  $x_f$  é o valor da interseção desta regressão linear, como mostrado no Exemplo D.2 e, a partir deste valor, calcular a alcalinidade usando a Equação D.4.

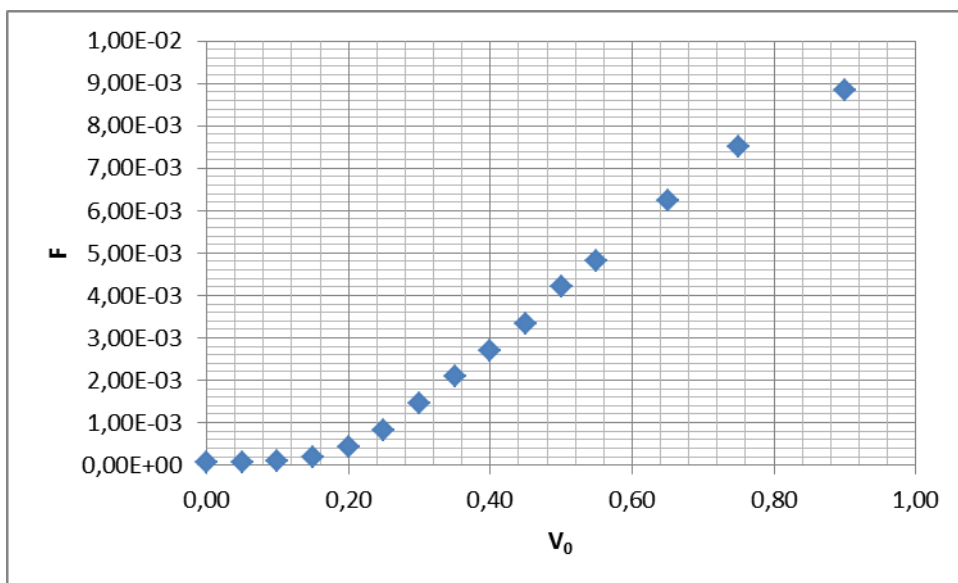
### Exemplo D. 1: Titulação de Gran

1° Passo: Calcular o valor de  $F$  pela equação D.1.

Amostra: HSB01  
 Data da Coleta: 01/12/1997  
 Ponto de coleta: IG.S.BREN  
 $V_0 =$  50 mL

| $\Delta V_i$ (mL) | pH   | F        |
|-------------------|------|----------|
| 0,00              | 5,94 | 5,74E-05 |
| 0,05              | 5,84 | 7,23E-05 |
| 0,10              | 5,66 | 1,10E-04 |
| 0,15              | 5,42 | 1,91E-04 |
| 0,20              | 5,08 | 4,18E-04 |
| 0,25              | 4,78 | 8,34E-04 |
| 0,30              | 4,54 | 1,45E-03 |
| 0,35              | 4,38 | 2,10E-03 |
| 0,40              | 1,27 | 2,71E-03 |
| 0,45              | 4,18 | 3,33E-03 |
| 0,50              | 4,08 | 4,20E-03 |
| 0,55              | 4,02 | 4,83E-03 |
| 0,65              | 3,91 | 6,23E-03 |
| 0,75              | 3,83 | 7,51E-03 |
| 0,90              | 3,76 | 8,85E-03 |

2° Passo: Construção do gráfico da Titulação de Gran da Amostra



3° Passo: Regressão linear: verificar a partir de qual valor de  $\Delta V_i$  a relação se torna aproximadamente uma linha reta (relação linear). Efetuar a regressão linear entre  $F$  e  $\Delta V_i$  a partir desse ponto, fazendo  $\Delta V_i$  ser a variável  $x$  na curva de regressão.

#### RESUMO DOS RESULTADOS

| <i>Estatística de regressão</i> |          |
|---------------------------------|----------|
| R múltiplo                      | 0,997955 |
| R-Quadrado                      | 0,995914 |
| R-quadrado ajustado             | 0,99546  |
| Erro padrão                     | 0,000186 |
| Observações                     | 11       |

#### ANOVA

|           | <i>gl</i> | <i>SQ</i>   |
|-----------|-----------|-------------|
| Regressão | 1         | 7,60279E-05 |
| Resíduo   | 9         | 3,11903E-07 |
| Total     | 10        | 7,63398E-05 |

|              | <i>Coefficientes</i> | <i>Erro padrão</i> |
|--------------|----------------------|--------------------|
| Interseção   | -0,00226             | 0,000142193        |
| Variável X 1 | 0,0127               | 0,000271151        |

4° Passo: Encontrar  $x_f$  a partir da equação D.3, ou seja o valor de  $\Delta V_i$  quando  $F=0$

$$x_f = -\frac{k}{m} = 0,178$$

5° Passo: Calcular a alcalidade segundo a Equação D.4.

$$\text{Alcalinidade}(\mu\text{Eq} / L) = \frac{0,178 * 10^{-2} * 10^6}{V_0} = 35,59 \mu\text{Eq} / L$$

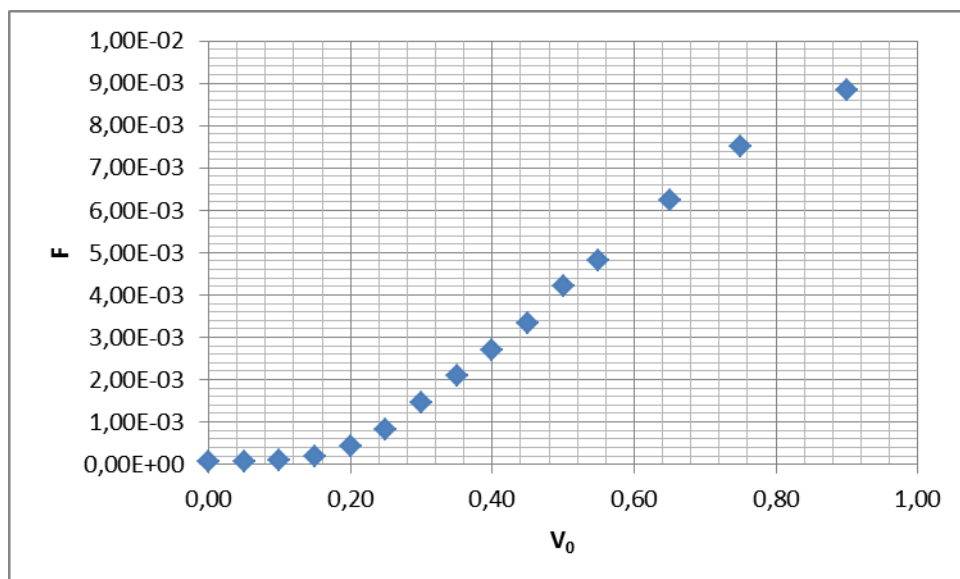
## Exemplo D. 2: Titulação de Gran

1° Passo: Calcular o valor de F pela equação D.1.

Amostra: HSB01  
 Data da Coleta: 01/12/1997  
 Ponto de coleta: IG.S.BREN  
 $V_0 =$  50 mL

| $\Delta V_i$ (mL) | pH   | F        |
|-------------------|------|----------|
| 0,00              | 5,94 | 5,74E-05 |
| 0,05              | 5,84 | 7,23E-05 |
| 0,10              | 5,66 | 1,10E-04 |
| 0,15              | 5,42 | 1,91E-04 |
| 0,20              | 5,08 | 4,18E-04 |
| 0,25              | 4,78 | 8,34E-04 |
| 0,30              | 4,54 | 1,45E-03 |
| 0,35              | 4,38 | 2,10E-03 |
| 0,40              | 1,27 | 2,71E-03 |
| 0,45              | 4,18 | 3,33E-03 |
| 0,50              | 4,08 | 4,20E-03 |
| 0,55              | 4,02 | 4,83E-03 |
| 0,65              | 3,91 | 6,23E-03 |
| 0,75              | 3,83 | 7,51E-03 |
| 0,90              | 3,76 | 8,85E-03 |

## 2° Passo: Construção do gráfico da Titulação de Gran da Amostra



3° Passo: Regressão linear: verificar a partir de qual valor de  $\Delta V_i$  a relação se torna aproximadamente uma linha reta (relação linear). Efetuar a regressão linear entre  $F$  e  $\Delta V_i$  a partir desse ponto, fazendo  $\Delta V_i$  ser a variável  $y$  na curva de regressão.

### RESUMO DOS RESULTADOS

| <i>Estatística de regressão</i> |          |
|---------------------------------|----------|
| R múltiplo                      | 0,997955 |
| R-Quadrado                      | 0,995914 |
| R-quadrado ajustado             | 0,99546  |
| Erro padrão                     | 0,014628 |
| Observações                     | 11       |

| ANOVA     |           |             |
|-----------|-----------|-------------|
|           | <i>gl</i> | <i>SQ</i>   |
| Regressão | 1         | 0,469437775 |
| Resíduo   | 9         | 0,001925862 |
| Total     | 10        | 0,471363636 |

|              | <i>Coefficientes</i> | <i>Erro padrão</i> |
|--------------|----------------------|--------------------|
| Interseção   | 0,179159             | 0,007823581        |
| Variável X 1 | 78,41757             | 1,674232039        |

4° Passo: Encontrar  $x_f$ , que é o valor da interseção da regressão linear anterior ou seja o valor de  $\Delta V_i$  quando  $F=0$

$$x_f = 0,179$$

5° Passo: Calcular a alcalidade segundo a Equação D.4.

$$Alcalinidade(\mu Eq / L) = \frac{0,179 * 10^{-2} * 10^6}{V_0} = 35,80 \mu Eq / L$$

## Apêndice E: Preparação de algumas soluções utilizadas

### E.1. Padrões de pH

#### E.1.1 Preparação da solução ftalato de potássio ácido ( $C_8H_5O_4K$ ) 0,1 M:

Seca-se o ftalato de potássio ácido a 110 °C durante 30 minutos, deixar esfriar em dessecador, pesar 20,42 g e dissolver em água deionizada, avolumando para um total de 1 litro.

#### E.1.2 Preparação de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M:

Pesar 4 g de hidróxido de sódio dissolver em água deionizada, avolumando para um total de 1 litro.

Tabela D.1: Soluções tampão de ftalato ácido de potássio-hidróxido de sódio

| pH  | $C_8H_5O_4K$ 0,1M (ml) | NaOH 0,1M (ml) | pH  | $C_8H_5O_4K$ 0,1M (ml) | NaOH 1 M (ml) |
|-----|------------------------|----------------|-----|------------------------|---------------|
| 4,0 | 50                     | 0,40           | 5,2 | 50                     | 29,95         |
| 4,2 | 50                     | 3,7            | 5,4 | 50                     | 35,45         |
| 4,4 | 50                     | 7,5            | 5,6 | 50                     | 39,85         |
| 4,6 | 50                     | 12,15          | 5,8 | 50                     | 43,00         |
| 4,8 | 50                     | 17,7           | 6,0 | 50                     | 45,45         |
| 5,0 | 50                     | 23,85          | 6,2 | 50                     | 47,00         |

Eleva-se o volume final a 100 ml.

#### E.1.3 Preparação da solução fosfato de potássio ( $H_2KPO_4$ ) 0,1 M:

Seca-se o fosfato de potássio a 110 °C durante 30 min, deixar esfriar em dessecador, pesar 13,62 g e dissolver em água deionizada. Leva-se o volume total a 1 litro.



Tabela E.2: Soluções tampão de fosfato de potássio-hidróxido de sódio

| pH  | H <sub>2</sub> KPO <sub>4</sub><br>0,1 M<br>(ml) | NaOH 0,1 M<br>(ml) | pH  | H <sub>2</sub> KPO <sub>4</sub><br>0,1 M<br>(ml) | NaOH 0,1 M<br>(ml) |
|-----|--------------------------------------------------|--------------------|-----|--------------------------------------------------|--------------------|
| 5,8 | 50                                               | 3,72               | 7,0 | 50                                               | 29,63              |
| 6,0 | 50                                               | 5,70               | 7,2 | 50                                               | 35,00              |
| 6,2 | 50                                               | 8,60               | 7,4 | 50                                               | 39,50              |
| 6,4 | 50                                               | 12,60              | 7,6 | 50                                               | 42,80              |
| 6,6 | 50                                               | 17,80              | 7,8 | 50                                               | 45,20              |
| 6,8 | 50                                               | 23,65              | 8,0 | 50                                               | 46,80              |

Eleva-se o volume final a 100 ml.

## E.2 Solução interna do eletrodo: Cloreto de potássio (KCl) 3 M:

Secar o sal em estufa a 110 °C por 30 min. Deixar esfriar em dessecador. Pesar 22,64 g e dissolver em água deionizada. Leva-se o volume final a 100 ml.

## E.3 Soluções de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

### E.3.1 Solução ácido sulfúrico 1 N.

Partindo do H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> P.A. Merck 95-97 %, densidade 1,84: a concentração desse ácido é 36,03 N. Pipetar 14,0 ml desse ácido, colocar em balão volumétrico de 500 ml e completar com água deionizada. Essa será a solução estoque de ácido sulfúrico (1,009 N), denominada SO<sub>4</sub>: *solução estoque*.

### E.3.2 Solução ácido sulfúrico 10<sup>-2</sup> N

Pipetar 5 ml da *solução estoque* SO<sub>4</sub>, colocando em um balão volumétrico de 500 ml e completando o volume com água deionizada. Essa solução será denominada SO<sub>4t</sub>. Essa solução deve ser preparada todos os meses, ela é utilizada para a titulação.

### **E.3.3 Solução ácido sulfúrico $10^{-4}$ N**

Pipetar 5 ml da solução  $SO_{4t}$ , colocando em um balão volumétrico de 500 ml e completando o volume com água deionizada. Essa solução será denominada  $SO_{4ti}$ . Essa solução deve ser preparada toda vez que for efetuar o teste do eletrodo. Essa solução é utilizada para testar o eletrodo.

**Armazenar essas soluções em frascos de polietileno, devidamente identificados, em lugar fresco e ao abrigo da luz.**