

Atividade 1. Caracterização e envelhecimento de amostra de águas

Determinação da cor, turbidez, pH, salinidade, condutividade e O₂ dissolvido

Princípio

Todos os parâmetros mencionados serão determinados de uma só vez *in situ* com um sensor portátil Hanna.

Procedimento

Mergulhar o sensor no corpo d'água e fazer a leitura. Uma semana mais tarde será feita nova leitura com a amostra coletada e trazida para o laboratório.

Tabela 1. Resultado das determinações de medidas da cor, turbidez, pH, salinidade, condutividade e O₂ dissolvido com a amostra de água coletada *in situ* e *ex situ*, após uma semana.

Medida <i>in situ</i> Data da coleta / /	Medida <i>ex situ</i> Data da medida / /
cor (UC)	cor (UC)
turbidez (FNU)	turbidez (FNU)
pH	pH
salinidade (PSU)	salinidade (PSU)
condutividade (mS/cm)	condutividade (mS/cm)
O ₂ (mg/L)	O ₂ (mg/L)

Para estudar

1. Responda sucintamente qual o significado de se ter um corpo de água com coloração mais intensa? O que isso pode significar?
2. O que indica uma amostra de água mais turva?
3. Quais conclusões pode se tirar de duas amostras de água com pH 7, uma com alta condutividade e outra com baixa condutividade?
4. Cite quatro fatores que poderiam diminuir a quantidade de oxigênio dissolvido em uma amostra de água.

Sólidos totais dissolvidos

Material

1. Estufa e balança
2. Béquer
3. Amostra de água

Princípio

Uma quantidade definida de amostra de água é evaporada e a massa do resíduo final é determinada.

Procedimento

Separe um béquer de 150mL para a amostra, seque-o em estufa a 105°C por cerca de 1h, deixe esfriar em um dessecador e determine sua massa. Feito isso, filtre 25mL da amostra, recolhendo o filtrado no béquer previamente preparado, e evapore a água, evitando que ela entre em ebulição, em estufa a 105°C ($\pm$ 3h). Quando o volume tiver sido reduzido (~ 10 mL) coloque as amostras em estufa novamente até secar. Deixe esfriar em um dessecador e determine a massa do resíduo.

Tabela 2. Resultado dos experimentos de determinação da quantidade total de sólidos dissolvidos nas amostras de água.

Massa dos béqueres (em g)
Massa final (em g)
Massa do resíduo (em ‰)

Para estudar

1. Qual a origem do material sólido dissolvido em água doce?

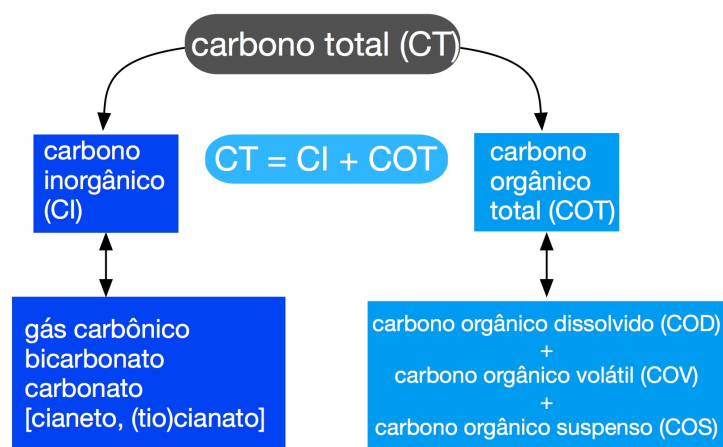
Carbono orgânico total (COT)

Material

1. Aparelho Shimadzu TOC – 5000A
2. Recipientes do aparelho
3. Amostra de água

Princípio

Determinação da quantidade de carbono orgânico total nas amostra de água utilizando um aparelho de determinação de COT. Carbono orgânico total (COT) é o parâmetro de maior



relevância para quantificar a matéria orgânica em amostras de água e efluentes aquosos. O COT de uma amostra de água pode ser composto de carbono orgânico dissolvido (COD), carbono orgânico volátil (VOC) (referido também como carbono orgânico purgável, COP), carbono orgânico suspenso (COS) (também chamado de

carbono orgânico particulado, COPd) e carbono orgânico não-purgável (CONP).

COD é definido como a fração de COT da amostra que passa através de um sistema de filtração com membrana tendo 0,45 µm de diâmetro de poro. A redução de COD caracteriza a mineralização da matéria orgânica contida na amostra em virtude de processos químicos ou biológicos.

A técnica de determinação de COT é baseada na oxidação catalítica da matéria orgânica, sendo realizadas duas determinações: carbono total (CT) e carbono inorgânico (CI); o COT é calculado através da equação :

$$\text{COT} = \text{CT} - \text{CI}$$

Procedimento

1. Determine o CT através da introdução da amostra numa câmara de reação aquecida a uma temperatura de, aproximadamente, 670°C, dotada de um catalisador de platina

adsorvido sobre óxido de alumínio. Nestas condições, a água é vaporizada e o carbono do analito transformado em CO₂, sendo posteriormente quantificado em um analisador de infravermelho não dispersivo.

2. Meça o CI injetando as amostras em uma câmara de reação que contém ácido fosfórico. Neste reator o CI (carbonatos e bicarbonatos) é convertido em CO₂, o qual é quantificado da mesma forma descrita anteriormente.

3. Calcule o carbono orgânico total pela diferença entre o carbono total e o inorgânico."

Tabela 3. Resultado dos experimentos de determinação do teor de carbono orgânico total na amostra de água.

Carbono Orgânico Total (em mg/L)
amostra

Para estudar

1. Há correlação entre o valor de COT e DQO (Demanda Química de Oxigênio)?

Alcalinidade total

Material

1. Bureta e Erlenmeyers
2. Solução de HCl 20 mM, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 2 mM, Na_2CO_3 25 mM, indicador de alaranjado de metila e fenolftaleína
3. Amostra de água

Princípio

A alcalinidade total corresponde à alcalinidade de todas as bases presentes na amostra de água, principalmente hidróxidos; carbonatos e bicarbonatos. Na primeira titulação, com fenolftaleína, titula-se a quantidade de hidróxido e carbonato e na segunda, com alaranjado de metila, mede-se a alcalinidade de bicarbonatos.

Procedimento

Alcalinidade à fenolftaleína. Adicione 100mL da amostra de água em um Erlenmeyer, duas gotas da solução de tiosulfato de sódio e quatro gotas de indicador fenolftaleína. **Caso fique rosa**, titule com solução de HCl padronizada, **senão, pule esta titulação**. Durante a titulação, evite agitar a solução vigorosamente para minimizar a perda de CO_2 .

Alcalinidade de bicarbonato. Adicione 100mL da amostra de água em um Erlenmeyer e quatro gotas de indicador alaranjado de metila. Titule com solução de HCl padronizada.

Tabela 4. Resultado dos experimentos de determinação de alcalinidade de carbonato e total com a amostra de água.

Volume Titulado Alcalinidade de carbonato (em mL)
amostra
Alcalinidade de carbonato (em mg/L de CaCO_3)
amostra
☐ alta ☐ média ☐ baixa
Volume Titulado Alcalinidade Total (em mL)
amostra
Alcalinidade Total (em mg/L de CaCO_3)
amostra
☐ alta ☐ média ☐ baixa

Para estudar

1. Por que a primeira titulação, de alcalinidade de carbonato, pode não ficar rosa com a adição de fenolftaleína? O que isso significa?
2. Quais espécies estão sendo tituladas em cada titulação?

Tabela 5. Classificação do tipo de água conforme sua alcalinidade.

Classificação de Sensibilidade	Alcalinidade (mg/L CaCO_3)*
alta	< 10
moderada	10-20
dura	>20

* 1 mg/L CaCO_3 = 20 $\mu\text{mol/L H}^+$

Dureza

Material

1. Bureta e Erlenmeyers
2. Solução tampão $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ pH 10, Na_2EDTA 10 mM, indicador de preto de eriocromo T
3. Amostra de água

Princípio

Os íons de cálcio e magnésio presentes na amostra complexam com EDTA, liberando o corante de eriocromo T.

Procedimento

Adicione 100mL de amostra de água em um Erlenmeyer de 250 mL. Em seguida, adicione 5 mL da solução tampão e 1 mL da solução com o indicador. Titule com a solução de EDTA até obter coloração azul de forma estável. Faça um controle com água destilada no lugar da amostra.

Tabela 6. Resultado dos experimentos de determinação de dureza com a amostra de água.

Volume Titulado (em mL)
amostra
Dureza (em mg/L de CaCO_3)
amostra
☐ dura ☐ muito dura

Para estudar

1. Defina dureza e indique os cátions primários responsáveis por esta propriedade?
2. Descreva brevemente o princípio da titulação.
3. Se o volume de viragem do EDTA (0,10 M) na titulação de 50 mL de amostra for de 25,5 mL, qual seria a dureza em mg/L CaCO_3

Tabela 7. Classificação do tipo de água conforme sua dureza.*

Classificação de Dureza	Dureza (mg/L CaCO ₃)
mole	0-75
moderadamente dura	76-150
dura	151-300
muito dura	≥ 301

* F. M. Dunnivant, Environmental Laboratory Exercises for Instrumental Analysis and Environmental Chemistry, Wiley, p. 257-263, 2004.