

## EXPERIMENTO # 1.5

### Determinação turbidimétrica de íons sulfato

#### Objetivo

Determinar o conteúdo de sulfato numa amostra, por meio da turbidez produzida por tratamento com cloreto de bário.

#### Aparelhagem

Espectrofotômetro simples. Cubetas de vidro (2). Agitador magnético. Balança simples.

#### Reagentes

Solução condicionadora (NaCl, HCl concentrado, glicerol). Solução padrão de  $K_2SO_4$  contendo 1000 mg/L de íon-sulfato (2,228 g de sal por litro) e sal de  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  (30 a 40 mesh). Amostra de sulfato (ex. água do mar ou preparação sintética) desconhecida.

9 Balões volumétricos de 25 mL; 11 béqueres de 50 mL, micropipetas de 200 e 1000  $\mu$ L, pipeta volumétrica de 5 mL, funil, pipetas de Pasteur, barra magnética.

#### Procedimento

**1** - Preparar uma solução condicionadora, dissolvendo 120 g de NaCl em cerca de 400 mL de água destilada, adicionar 10 mL de  $HCl_{conc}$  e 500 mL de glicerol, completando para 1 litro (fornecida pelos técnicos).

**Obs.:** Calibrar as micropipetas à serem utilizadas.

**2** - Fazer a curva analítica para Sulfato ( $SO_4$ ), com 7 padrões mais o branco, utilizando balões volumétricos de 25 ml, e pipetando os volumes a partir da solução estoque de 1000 mg/L (100; 200; 400; 600; 750; 900 e 1000  $\mu$ L).

Adicionar água deionizada até cerca da metade do volume do balão, em seguida adicionar 5,0 ml da solução condicionadora, contendo 0,15 g de cristais de cloreto de bário previamente dissolvido, e completar com água até a menisco, homogeneizar e transferir para os béqueres identificados, sem lavar as paredes.

**Dica:** Faça uma solução condicionadora contendo os cristais de cloreto de bário com volumes e gramas totais. Exemplo: Se forem 4 soluções, colocar 20 mL da solução condicionadora e 0,6 g de  $BaCl_2$ .

**3** - Serão fornecidas as amostras de sulfato, cerca de 1,2 g/L; fazer a diluição necessária para a sua curva analítica, preparando em um balão de 25 ml e depois transferindo para um béquer de 50 mL. **Obs.:** Caso a amostra desconhecida apresente qualquer turvação, deverá ser filtrada.

**4** - Para cada um dos béqueres (inclusive no branco), agitar as soluções, uma por vez, por 1 minuto, transferir para a cubeta de vidro (10 mm) e fazer a leitura em 400 nm.

**5** - Ajustar o espectrofotômetro para  $\lambda$  de 400 nm e usar o branco para zerar a absorbância. Fazer a leitura de todas as soluções preparadas uma a uma na sequência e sistematicamente no mesmo tempo após o preparo. Ler também a amostra desconhecida (água do mar, caso haja disponível).

**6** - Construir uma curva de calibração a partir das leituras do equipamento para a série de padrões, após a devida correção em relação ao branco.

**7** - Calcular a concentração (mg/L de sulfato) da amostra desconhecida, usando os valores de leitura e da curva de calibração obtida. **Obs.:** Se mais de um aparelho foi usado para as medidas, compare os resultados entre ambos.

#### Bibliografia

1) Sawyer, D.T., Heineman, W.R. & Beebe, J.M. – “**Chemistry Experiments for Instrumental Methods**” - New York, Wiley, 1984, 427p.

2) Meloan, C.E. & Kiser, R.W. – “**Problems and Experiments in Instrumental Analysis**” – Columbus Ohio, Charles E. Merrill, 1963, 320 p.