

## **Soda Anidra - Determinação de Cloretos - Turbidimetria/Argentometria**

### **1. INTRODUÇÃO:**

Este método é aplicado para amostras de Soda Anidra que contenham teores de cloretos abaixo de 0,030 % NaCl.

### **2. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA:**

#### **2.1.ORIGEM:**

-III-4/c-11 - De Nora - Determination of Chlorides in Alkaline Hidroxides, Rev. COIQ-00 (Adaptada).

-Caustic Soda Handbook, Diamond Shamrock, 1977 (Adaptada).

-ABNT NBR 15131:2004 - Soda cáustica líquida - Determinação de cloreto - Método turbidimétrico, 2004.

#### **2.2.COMPLEMENTARES:**

Para aplicação deste método é necessário consultar:

-MPA-014, Padronização de Reagentes - Padrões de Turbidez 1000, 100 e 10 NTU.

### **3. REAGENTES UTILIZADOS:**

3.1.Solução padrão de turbidez de 100 NTU.

3.2.Solução de HNO<sub>3</sub> 20 % p.a.

3.3.Solução de Nitrato de Prata 0,01 N p.a.

3.4.Água destilada.

### **4. APARELHAGEM:**

4.1.Balança semi-analítica, com menor divisão de 0,01 g.

4.2.Balões volumétricos de 100 e 250 mL.

4.3.Pipeta volumétrica de 10 mL.

4.4.Turbidímetro.

4.4.1.Parâmetros do Instrumento:

-Escala = 100 NTU.

4.5.Béquer de 100 mL.

4.6.Proveta graduada de 100 mL.

### **5. PROCEDIMENTO:**

5.1.Lavar os materiais com HNO<sub>3</sub> conc., água e água destilada.

5.2.Pesar cerca de (40 +/- 3)g da amostra (Mam) em um béquer de 100 mL.

5.3.Adicionar 50 mL de água destilada. Executar este procedimento em capela de exaustão.

5.4.Transferir a solução do béquer para um balão volumétrico de 250 mL. Deixar esfriar.

5.5.Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar.

5.6.Pipetar 10 mL da solução do balão de 250 mL para um balão volumétrico de 100 mL, com pipeta volumétrica.

5.7.Adicionar 25 mL de HNO<sub>3</sub> 20 %, utilizando proveta e homogeneizar.

5.8.Adicionar 10 mL de AgNO<sub>3</sub> 0,01 N, com pipeta e homogeneizar.

5.9.Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar.

5.10.Preparar prova em branco, utilizando todos os reagentes com exceção da amostra.

5.11.Efetuar leitura em NTU (TURBam e TURBpb) no turbidímetro, não ultrapassar 15 minutos.

Antes de efetuar as leituras, calibrar a escala a ser utilizada, com a solução padrão de turbidez.

## 6. CÁLCULOS:

### 6.1.FÓRMULA:

6.1.1.Calcular a turbidez real pela fórmula:

$$\text{TURBre} = \text{TURBam} - \text{TURBpb}$$

Onde:

TURBre = Turbidez real, em NTU.

TURBam = Turbidez da amostra, em NTU.

TURBpb = Turbidez da prova em branco, em NTU.

Relacionar a Turbidez real com a curva de calibração e anotar a massa de NaCl obtida, em ug (M1).

6.1.2.Calcular o teor de NaCl pela fórmula:

$$\text{NaCl (\%)} = \frac{\text{M1}}{\text{Mam} \times 10000} \times \frac{250}{10}$$

Onde:

Mam = Massa de amostra, em g.

M1 = Massa de NaCl, obtida através da curva de calibração, em ug.

## 7. CARACTERÍSTICAS DE DESEMPENHO:

### 7.1.PRECISÃO:

O dado de Reprodutibilidade Interna abaixo foi extraído do Estudo de Precisão executado em 2001 no Laboratório da Carbocloro.

7.1.1.Reprodutibilidade Interna (Precisão Intermediária):

O Limite da Reprodutibilidade (R) para esta determinação é de 0,001 % NaCl.

Sob condições de reprodutibilidade e com probabilidade de 95%, dois resultados de uma mesma amostra são considerados suspeitos se diferirem mais do que 0,001 % NaCl.

Exemplo:Os resultados 0,005 % e 0,007 % diferem de 0,002 %, portanto são considerados suspeitos.

### 7.2.EXATIDÃO:

Não determinada.

### 7.3. EXPRESSÃO DE RESULTADOS:

Expressar o resultado com 03 dígitos após a vírgula, sendo que o menor valor a ser expresso é 0,001 % NaCl.