
NORMA TÉCNICA

T. 094 / 2

**CLORETO FÉRRICO DETERMINAÇÃO DA
COMPOSIÇÃO QUÍMICA**



1 Objetivo

1.1 Esta Norma prescreve os métodos para a determinação da composição química do cloreto férlico utilizado no tratamento de água.

1.2 Aplica-se a todas as unidades organizacionais da Empresa cujas atividades se relacionam com a especificação, aquisição, controle de qualidade, armazenamento e aplicação de produtos químicos.

2 Referências

2.1 Na aplicação desta Norma pode ser necessário consultar:

- Da COPASA MG

T.093/_ - Cloreto férlico;

T.096/_ - Coleta de amostras de produtos químicos líquidos.

- Do Ministério da Saúde

Portaria nº 2914.

- Da ABNT

NBR 15784 – Produtos Químicos Utilizados no Tratamento de Água para Consumo Humano.

2.2 Cada referência citada neste texto deve ser observada em sua edição em vigor, desde que mantidos os mesmos objetivos da data de aprovação da presente Norma.

3 Ensaios

3.1 Materiais

- a) balão volumétrico de 500 ml;
- b) funil analítico com suporte;
- c) algodão hidrófilo;
- d) bureta de 50 ml;
- e) becker de 50 e 250 ml;
- f) pipeta volumétrica de 10, 20 e 25 ml;
- g) erlenmeyer de 500 ml;
- h) chapa aquecedora;
- i) balança analítica.

3.2 Reagentes

3.2.1 K₂Cr₂O₇ 0,1N

- secar o bicromato de potássio a 110°C por 2 horas; resfriar no dessecador;
- pesar 4,906 g; dissolver e transferir para um balão de 1000 ml aferido;
- completar o volume e homogeneizar. Guardar em frasco escuro, limpo e seco.

3.2.2 HCl 20%**3.2.3 HgCl₂ - solução aquosa saturada**

- dissolver 50 g de HgCl₂ em 1000 ml de água destilada.

3.2.4 Solução de SnCl₂

- solução de 200 g/l em meio de HCl a 14%.

3.2.5 Solução de Zimmermann-Reinhardt

- dissolver 67 g de MnSO₄.H₂O em 500 ml de água destilada;
- adicionar 330 ml de H₃PO₄(85 a 87%) e 130 ml de H₂SO₄ conc;
- completar o volume para 1000 ml.

3.2.6 Solução de difenilamina sulfonato de sódio

- dissolver 0,85 g de indicador em 100 ml de água.

3.3 Determinação do teor de cloreto férrico

- filtrar a amostra em conjunto de filtração utilizando-se algodão hidrófilo;
- pesar 25 g do filtrado e transferir esta massa para um balão volumétrico de 500 ml. Completar o volume com água destilada. Seja P este peso;
- pipetar 25 ml da solução do item 3.3.2 em duplicata e transferir para 2 erlenmeyer de 500 ml - A e B;
- adicionar 20 ml de HCl 20% no erlenmeyer A e aquecer, sem deixar ferver;
- adicionar SnCl₂ nesta solução, gota a gota, até que a mesma se torne transparente;
- esfriar a solução em água corrente até a temperatura ambiente.
- adicionar 100 ml de água destilada e 10 ml de solução saturada de HgCl₂ e homogeneizar;
- após 1 minuto adicionar 10 ml de solução de Zimmermann-Reinhardt e homogeneizar;
- no erlenmeyer B, adicionar 100 ml de água destilada e 10 ml da solução de Zimmermann-Reinhardt;
- titular A e B com K₂Cr₂O₇ 0,1 N usando difenil sulfonato de sódio como indicador;
- a viragem é de verde para violeta;
- Cálculo I;

- ferro total

$$\% \text{p. Fe Total} = \frac{a \times 0,1 \times 0,056 \times 100 \times 500}{25 \times P}$$

- ferro II

$$\% \text{p. Fe II} = \frac{b \times 0,1 \times 0,056 \times 100 \times 500}{25 \times P}$$

- teor de ferro III

$$\% \text{p. Fe III} = \% \text{p. Fe Total} - (\% \text{p. Fe II})$$

Sendo: a = ml de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1 N gasto para o erlenmeyer A.

 b = ml de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1 N gasto para o erlenmeyer B.

I) Cálculo II

$$\% \text{p. FeCl}_2 = \% \text{p. Fe II} \times 2,26$$

$$\% \text{p. FeCl}_3 = \% \text{p. Fe III} \times 2,90$$

3.4 Determinação da acidez

3.4.1 Materiais

- a) becker de 50 e 100 ml;
- b) balança analítica;
- c) bureta de 50 ml;
- d) balão de vidro .

3.4.2 Reagentes

- a) fluoreto de potássio p.a;
- b) solução indicadora fenolftaleína;
- dissolver 0,5 g de fenolftaleína Di-sódica em 50 ml de álcool etílico e completar para 100 ml em água destilada.
- c) solução de Hidróxido de Potássio 0,1 N.
 - dissolver 6 g de hidróxido de potássio em água e completar para 1 litro;
 - absorve gás carbônico e é higroscópico;
 - padronizar o hidróxido de potássio 0,1 N contra uma solução de ácido sulfúrico 0,1 N padronizada.

3.4.3 Metodologia

- a) pesar 10 g de amostra e dissolver completamente para 100 ml com H_2O destilada;

- b) dissolver 6g de KF p.a. em 25 ml de água destilada e neutralizar esta solução usando fenolftaleína como indicador;
- c) adicionar 20 ml da primeira solução (item 3.4.3.1) na segunda solução (item 3.4.3.2);
- d) após 3 horas, filtrar e titular o filtrado com KOH 0,1 N;
- e) cálculo

$$\% \text{ p. Acidez livre como HCl} = \frac{\text{ml KOH} \times 0,1 \text{ N} \times \text{N} \times 3,65}{\text{Peso da Amostra}}$$

3.5 Determinação do resíduo insolúvel

3.5.1 Materiais

- a) conjunto de filtração (Kitasato, funil de Bucher, sistema de vácuo);
- b) papel de filtro faixa azul;
- c) balança analítica;
- d) estufa.

3.5.2 Metodologia

- a) secar o papel de filtro em estufa a 103°C durante 30 minutos;
- b) esfriar em dessecador e pesar;
- c) colocar o papel de filtro no funil de Bucher e umedecê-lo com água destilada, ligando o vácuo;
- d) tomar 25 ml da amostra num becker de 250 ml e pesar;

Peso da Amostra = Peso Total - Peso do Becker;

- e) e) adicionar aproximadamente 150 ml de água destilada;
- f) f) filtrar esta amostra no conjunto de filtração; lavar o filtrado com água destilada até não haver a cor amarela do cloreto férrico no papel;
- g) g) remover o papel de filtro, secar durante 1 hora em estufa a 103°C, esfriar em dessecador e pesar;
- h) h) subtrair o peso anterior do papel;

Peso do Resíduo = Peso Total - Peso do Papel.

- i) cálculo

$$- \% \text{ Total de Resíduo Insolúvel} = \frac{\text{Peso do Resíduo} \times 100}{\text{Peso da Amostra}}$$

Máximo Permitido = 0,5%.

3.6 Determinação das substâncias tóxicas

A metodologia das análises deve ser aquela determinada pela NBR 15.784 em vigor

4 Laudo de Análise Físico-Química

Os resultados devem ser emitidos através do Laudo de Análise Físico-Química conforme Procedimento Operacional Padrão - POP 1228 da DVSP.

5 Disposições Finais

5.1 Cabe à área de Normalização Técnica e às demais áreas afins, o acompanhamento da aplicação desta Norma.

5.2 Esta Norma entra em vigor a partir desta data, revogadas as disposições em contrário.

5.3 Esta Norma, como qualquer outra, é um documento dinâmico, podendo ser alterada ou ampliada sempre que necessário. Sugestões e comentários devem ser enviados à Divisão de Cooperação Técnica e Desenvolvimento Tecnológico - DVDT.

5.4 Coordenador da equipe de revisão desta Norma:

Identificação Organizacional			Nome do Responsável
Diretoria	Superintendência	Divisão/Distrito	
DGC	SPAL	DVSP	Giovanni Helbert Quaresma

5.5 Responsáveis pela aprovação:

Identificação Organizacional			Nomes dos Responsáveis
Diretoria	Superintendência	Divisão/Distrito	
DTE	SPDT	DVDT	 Wilton José Fonseca Ferreira
DTE	SPDT	-	 Patrícia Rezende de Castro Pirauá