

Projeto de Norma Portuguesa

prNP 439
2025

Água

Determinação do teor em sílica reativa ao molibdato

Eau

Détermination de la teneur en silice réactive au molybdate

Water

Determination of molybdate-reactive silicon content

ICS

13.060; 13.060.01; 13.060.99

CORRESPONDÊNCIA

CÓDIGO DE PREÇO

X002

INQUÉRITO PÚBLICO

Este projeto de documento normativo está sujeito a inquérito público durante o prazo de 30 dias conforme indicado na publicação do Instituto Português da Qualidade "Publicação Oficial do IPQ". Eventuais críticas ou sugestões devem ser enviadas ao Instituto Português da Qualidade, Departamento de Normalização

APROVAÇÃO

2025-01-06

ELABORAÇÃO

CT 72 (APA)

EDIÇÃO

2025-01-15

© IPQ reprodução proibida

Instituto Português da ualidade

Rua António Gião, 2
2829-513 CAPARICA PORTUGAL

Tel. + 351-212 948 100
E-mail: ipq@ipq.pt Internet: www.ipq.pt

Preâmbulo

O presente documento foi elaborado pela Comissão Técnica de Normalização CT 72 «Qualidade da água», cuja coordenação é assegurada pelo Organismo de Normalização Setorial, Agência Portuguesa do Ambiente (ONS/APA).



Aviso: Documento com direitos de propriedade

© IPQ reprodução proibida

As normas e os documentos normativos são documentos abrangidos por direitos de Propriedade Intelectual a qual inclui a Propriedade Industrial, Direitos de Autor e Direitos Conexos. É proibida e punida, nos termos da legislação aplicável, a sua reprodução, utilização, distribuição ou divulgação pública, de qualquer parte deste documento, em qualquer formato, eletrónico ou mecânico, incluindo fotocópia ou colocação na internet ou numa intranet, sem autorização prévia escrita. A autorização deve ser requerida ao Instituto Português da Qualidade enquanto Organismo Nacional de Normalização.

Sumário	Página
Preâmbulo	2
1 Objetivo e campo de aplicação	4
2 Referências normativas	4
3 Termos e definições	4
4 Resumo do processo	4
5 Reagentes	4
6 Aparelhos e utensílios	5
7 Colheita das amostras	5
8 Técnica	5
8.1 Preparação da amostra	5
8.2 Ensaio em branco	5
8.3 Determinação	5
9 Resultados	6
9.1 Cálculo	6
9.2 Apresentação.....	6
9.2 Observação com o espectrofotómetro ou com o fotómetro	6

1 Objetivo e campo de aplicação

A presente norma destina-se a fixar o processo de determinar o teor em sílica reativa ao molibdato da água.

Este processo só se aconselha para águas cujo teor em sílica não ultrapasse 30 mg/l e não tem sensibilidade suficiente para concentrações inferiores a 0,5 mg/l.

2 Referências normativas

O presente documento não contém referências normativas.

3 Termos e definições

No presente documento não se encontram listados termos e definições.

4 Resumo do processo

Formação de um complexo amarelo (ácido sílico-molíbídico) pela reação com molibdato de amónio, em meio de pH aproximadamente 1,2, e comparação da cor da solução com as cores de soluções padrão correspondentes a teores em sílica conhecidos.

5 Reagentes

Os reagentes a seguir indicados devem conservar-se em frascos de material plástico.

5.1 Solução de ácido clorídrico 1:1

Dilui-se em partes iguais um volume de ácido clorídrico concentrado $d=1,19$ com um volume de água destilada ou desmineralizada.

5.2 Solução de ácido oxálico a 10 %

Dissolvem-se 10 g de ácido oxálico ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) em água destilada ou desmineralizada e perfaz-se o volume de 100 ml.

5.3 Solução de molibdato de amónio a 10 %

Dissolvem-se 10 g de molibdato de amónio ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) em água destilada ou desmineralizada agitando e aquecendo ligeiramente e perfaz-se o volume de 100 ml. Filtra-se, se necessário. Ajusta-se o pH entre 7 e 8, por meio de solução de hidróxido de sódio ou de amónio, isenta de sílica. A solução é indefinidamente estável.

5.4 Solução de sílica

Pesam-se 0,500 g de quartzo hialino finamente pulverizado ou de sílica pulverizada e fundem-se num cadinho de platina com 2,5 g de carbonato de sódio. Deixa-se arrefecer e retoma-se a massa por água quente. Passa-se o líquido resultante desta dissolução para um balão de 500 ml e perfaz-se o volume com água destilada ou desmineralizada.

Cada 1,0 ml desta solução contém 1,0 mg de sílica.

5.5 Solução padrão de sílica

Medem-se 5,0 ml da solução (5.4) para um balão de 100 cm^a e perfaz-se este volume com água destilada ou desmineralizada.

Cada 1,0 ml desta solução contém 0,050 mg de sílica. Esta solução deve preparar-se quando de cada ensaio.

6 Aparelhos e utensílios

6.1 Balões graduados de 50 ml, 100 ml e 500 ml.

6.2 Cadinho de platina.

6.3 Espectrofotómetro ou fotómetro.

6.4 Pipetas de 1 ml, 10 ml, 20 ml e 25 ml graduadas em décimos de mililitro.

6.5 Tubos de Nessler de 50 ml, rolhados e de forma alta.

7 Colheita das amostras

Ver a NP 409.

8 Técnica

8.1 Preparação da amostra

Se a água for turva, decanta-se ou filtra-se.

8.2 Ensaio em branco

Medem-se 50 ml de água destilada ou desmineralizada para um tubo de Nessler e segue-se a técnica descrita para o ensaio da água a analisar e simultaneamente com ele.

8.3 Determinação

Medem-se no tubo de Nessler 50 ml da água e adicionam-se 1 ml da solução de ácido clorídrico 1:1 e 2 ml da solução de molibdato de amónio.

Agita-se por inversão do tubo de Nessler. A fim de eliminar a influência do ião fosfato, adicionam-se 1,5 ml da solução de ácido oxálico a 10 %, no intervalo de tempo que medeia entre cinco e dez minutos após a agitação.

Agita-se novamente e faz-se a comparação da cor entre dois minutos e quinze minutos após a adição da solução de ácido oxálico.

A cor amarela desenvolvida compara-se com as de uma escala padrão.

A escala padrão prepara-se a partir de 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml e 5,0 ml perfazendo-se o volume de 50 ml nos tubos de Nessler com água destilada ou desmineralizada e seguindo a técnica anteriormente descrita para o ensaio da água a analisar e simultaneamente com ele. Na preparação da escala podem utilizar-se outros volumes mais convenientes da solução padrão de sílica se o ensaio da água assim o aconselhar.

8.3.1 Observação visual

Faz-se a observação sobre um fundo branco e segundo o eixo dos tubos de Nessler.

8.3.2 Observação com o espectrofotómetro ou com o fotómetro

Utiliza-se o aparelho devendo atender-se às instruções do fabricante e trabalhar-se no comprimento de onda de 410 nm. Para se obter a curva de calibração, ajusta-se o aparelho a 100 % de transmitância ou a zero de absorvência, com o ensaio em branco, ficando já regulado para a análise da água se esta for límpida e incolor. Se for corada ou turva, ajusta-se de novo o aparelho com um ensaio, utilizando a própria água e suprimindo-se a adição de molibdato de amónio.

9 Resultados

9.1 Cálculo

9.1.1 Observação visual

onde

V o volume da solução padrão de sílica de cor mais próxima e menos intensa do que a obtida no ensaio com 50 ml da água em estudo;

V_1 o volume da solução padrão de sílica de cor mais próxima e mais intensa do que a obtida no ensaio com 50 ml da água em estudo,

o teor em sílica, expresso em miligramas por litro, é indicado pelos limites $V \times 10$ e $V_1 \times 10$ entre os quais está compreendido.

9.1.2 Observação com o espectrofotómetro ou com o fotómetro

Traça-se a curva de calibração, transmitância versus concentração ou absorvência versus concentração das soluções padrão, e determina-se por interpolação no gráfico o valor da concentração relativo à água em estudo.

9.2 Apresentação

9.2.1 Observação visual

Os resultados apresentam-se pela indicação dos teores limites da água, em sílica, expressos em mg/l e arredondados às décimas.

9.2 Observação com o espectrofotómetro ou com o fotómetro

O resultado apresenta-se arredondado às centésimas.