

MÉTODOS
LABORATORIAIS
DE
ANÁLISES

FÍSICO-QUÍMICAS & MICROBIOLÓGICAS

4^a . Edição – Atualizada e Revisada

JORGE ANTÔNIO BARROS DE MACEDO, D.Sc.

Bacharel em Química Tecnológica

Professor Titular Faculdade SENAI de Tecnologia – FATEC-JF

j.macedo@terra.com.br

barrosdemacedo@gmail.com

jmacedo@fiemg.com.br

www.jorgemacedo.pro.br

ISBN: 978-85-909561-3-6

Editado por

CRQ-MG

Nenhuma parte desta publicação poderá ser reproduzida, guardada pelo sistema “retrieval” ou transmitida de qualquer modo ou por qualquer outro meio, seja este eletrônico, mecânico, de fotocópia, de gravação ou outros, sem a prévia autorização escrita do Autor/Editor.

Impresso no Brasil
2013

FICHA CATALOGRÁFICA

MACÊDO, JORGE ANTÔNIO BARROS DE

Métodos Laboratoriais de Análises Físico-Químicas e Microbiológicas - 4^a. edição / Jorge Antônio Barros de Macedo. – Belo Horizonte-MG: *MACÊDO*, 2013.

1056p. 15 cm x 21 cm

ISBN: 978-85-909561-3-6

1. Águas: Análises físico-químicas e microbiológicas 2. Águas Industriais (caldeiras, resfriamento) 3. Águas para piscina 4. Água mineral 5. Água subterrânea 6. Detergentes e sanificantes 7. Efluentes industriais e domésticos 8. Solo 9. Meio Ambiente

CDU- 540

Dewey Decimal Classification (DDC)

- Laboratórios químicos	542.1
- Métodos químicos de análise	543.2
- Amostragem e análise da água	543.3
- Métodos físico-químicos de análise	543.5
- Análise de diferentes substâncias. Controle analítico nas condições de produção	543.6
- Abastecimento de água. Tratamento de águas. Consumo de água	628.1
- Efluentes domésticos. Tratamento, disposição, reuso de efluentes domésticos	628.3
- Águas para bebidas e outros usos industriais. Águas minerais	663.6
- Estudo dos solos	631.4

ISBN: 978-85-909561-3-6

JORGE MACÊDO

j.macedo@terra.com.br
barrosdemacedo@gmail.com
www.jorgemacedo.pro.br



ÍNDICE

	Página
1- Determinação de pH em meio aquoso e no solo	001
1.1- Material	008
1.2- Reagentes	008
1.3- Medida do pH em meio aquoso	009
1.3.1- Procedimento	009
1.4- Medida do pH do solo	010
1.4.1- Preparação da amostra do solo para análise	010
1.4.1.1- Material	010
1.4.2- Determinação do pH no solo	011
1.4.2.1- pH do solo em água	012
1.4.2.1.1- Procedimento	012
1.4.2.2- pH do solo em KCl	013
1.4.2.2.1- Procedimento	014
1.4.2.3- pH do solo em CaCl ₂	015
1.4.2.3.1- Informações Complementares	016
a) Capacidade de troca de cátions (CTC)	016
b) Saturação por bases (V%)	018
1.4.2.3.2- Procedimento na determinação do pH do solo em CaCl ₂	020
1.4.2.4- Determinação pH do solo SMP	021
1.4.2.4.1- Procedimentos	023
a) No estado de São Paulo associado ao pH em CaCl ₂	023
b) No estado do Sul do Brasil associado ao pH em água	023
1.4.2.4.2- Informações complementares	024
1.4.2.5- Determinação pH do solo com indicador universal verde	029
1.4.2.5.1- Preparo do indicador de repolho roxo	029
1.4.2.5.2- Procedimento	030
1.5- Limpeza do sensor de pH	030
1.5.1.1- Limpeza química com solução de detergente	030
1.5.1.2- Limpeza química com ácido clorídrico 1 molar	031
1.6- Preparo dos reagentes	031
1.6.1- Soluções tampões - Usadas na calibração do phgmetro	031
1.6.1.1- Solução tampão pH 4,004 (25°C) - Padrão primário	032
1.6.1.2- Solução tampão pH 6,863 (25°C) - Padrão primário	032
1.6.1.3- Solução tampão pH 9,183 (25°C) - Padrão primário	033

1.6.1.4- Solução tampão pH 10,014 (25°C) - Padrão primário.	033
1.6.1.5- Solução tampão pH 1,679 (25°C) - Padrão secundário	033
1.6.1.6- Solução tampão pH 12,454 (25°C) - Padrão secundário	033
1.6.1.7- Solução-tampão de fosfato pH 7,2 (25°C) - Padrão primário	034
1.6.1.8- Solução Tampão pH 10 - Padrão secundário	034
1.6.1.9- Solução Tampão pH 12 - Padrão secundário	034
1.6.1.10- Tampão fosfato de sódio 0,1M a diferentes pHs.	034
1.6.1.11- Soluções tampões para diferentes pHs indicadas pela Farmacopéia Brasileira	035
1.6.2- Soluções auxiliares - Usadas na limpeza dos eletrodos	037
1.6.2.1- Hidróxido de sódio \cong 0,1N ou 1M	037
1.6.2.2- Ácido clorídrico \cong 1N ou 1M	038
1.6.2.3- Solução fluoreto de potássio / ácida	038
1.6.3- Outras soluções	038
1.6.3.1- Solução de cloreto de cálcio 0,01 mol/L	038
1.6.3.2- Solução SMP	038
1.6.3.3- Solução de cloreto de potássio 3M	039
1.6.3.4- Solução de cloreto de potássio 1M ou 1N	040
2- Determinação da acidez em meio aquoso e do solo	041
2.1- Acidez em meio aquoso	045
2.1.1- Material	045
2.1.2- Reagentes	045
2.1.3- Procedimento	046
2.1.3.1- Método titulométrico para amostras livres de interferentes	046
2.1.3.1.1- Cálculos	046
2.1.3.2- Método titulação potenciométrica	047
2.1.3.2.1- Amostra que contenha ou for suspeita de conter íons metálicos hidrolisáveis e formas reduzidas de cátions polivalente	047
2.1.3.2.2- Titulação potenciométrica para pH 3,7 e/ou 8,3	049
2.1.3.2.3- Titulação potenciométrica para amostras nas quais é necessário detectar pontos de equivalência	049
2.1.5- Preparo dos reagentes	050
2.1.5.1- Água livre de dióxido de carbono	050
2.1.5.2- Solução estoque de hidróxido de sódio 0,1N	050
2.1.5.3- Solução de hidróxido de sódio 0,02N	051

2.1.5.4- Preparo de massa de hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio para padronização de soluções de hidróxido de sódio	051
2.1.5.5- Solução de hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio 0,05N	052
2.1.5.6- Padronização da solução de hidróxido de sódio 0,1N utilizando a solução hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio 0,05N	052
2.1.5.6.1- Fator de correção (Fc)	053
2.1.5.6.2- Cálculos complementares	054
2.1.5.7- Padronização da solução de hidróxido de sódio 0,02N utilizando a solução hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio 0,05N	055
2.1.5.7.1- Cálculos complementares	055
2.1.5.8- Padronização da solução de hidróxido de sódio 0,1N utilizando uma massa de hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio	056
2.1.5.8.1- Cálculos complementares	056
2.1.5.8.2- Cálculos que explicam a fórmula	057
2.1.5.9- Preparo solução de ácido sulfúrico 0,1 N	058
2.1.5.10- Preparo solução de carbonato de sódio 0,1N, para padronização do ácido sulfúrico	058
2.1.5.11- Preparo solução de carbonato de sódio 0,02 N, para padronização do ácido sulfúrico	059
2.1.5.12- Padronização do ácido sulfúrico 0,1 N com volume da solução de carbonato de sódio 0,1N	059
2.1.5.13- Padronização do ácido sulfúrico 0,1 N utilizando uma massa de carbonato de sódio	060
2.1.5.14- Preparo da solução de ácido sulfúrico 0,02 N	061
2.1.5.15- Padronização do ácido sulfúrico 0,02 N com solução de carbonato de sódio 0,02N	061
2.1.5.16- TRIS (hidroximetil) aminometano	062
2.1.5.17- Padronização do ácido sulfúrico 0,1 N utilizando Tris (Hidroximetilaminometano)	062
2.1.5.18- Padronização da solução de hidróxido de sódio 0,1N utilizando solução de ácido sulfúrico 0,1 N	063
2.1.5.19- Solução alcoólica de fenoltaleína 1% ou 10 g/L (m/v)	064

2.1.5.20- Solução de vermelho de metila a 0,2%	064
2.1.5.21- Solução de vermelho de metila 0,1%	064
2.1.5.22- Solução de púrpura de metacresol	065
2.1.5.23- Solução de azul de bromofenol 0,1%	065
2.1.5.24- Solução ortotolidina 0,1%	065
2.1.5.25- Solução tiosulfato de sódio 0,1 N (2,482% p/v)	066
2.2- Acidez no solo	066
2.2.1- Conceitos básicos sobre acidez de solo	066
i) Acidez ativa	069
ii) Acidez trocável	069
iii) Acidez não-trocável	070
iv) Acidez potencial ou acidez total	070
2.2.2- Determinação da acidez do solo	072
2.2.2.1- Revisão sobre unidades utilizadas na área de solo	073
2.2.2.2- Material	078
2.2.2.3- Reagentes	079
2.2.3- Determinação da denominada acidez potencial ou de reserva $[H^+ + Al^{3+}]$ (cmol _c $[H^+ + Al^{3+}] \cdot dm^{-3}$ de TFSA)	079
2.2.3.1- Procedimento	080
2.2.3.2- Cálculos	081
2.2.3.2.1- Fatores envolvidos na diluição da amostra inicial e da extração de somente 90% da acidez.	082
2.2.4- Determinação da denominada acidez potencial ou de reserva $[H^+ + Al^{3+}]$ ([mEq-g H^+] / 100g TFSA)	084
2.2.4.1- Procedimento	084
2.2.4.2- Cálculos	085
2.2.4.3- Explicação dos cálculos	085
2.2.5- Determinação da denominada acidez potencial ou de reserva $[H^+ + Al^{3+}]$ (cmol _c $[H^+ + Al^{3+}]$ / Kg)	086
2.2.5.1- Procedimento	086
2.2.5.2- Cálculos	087
2.2.5.3- Explicação dos cálculos	087
2.2.6- Determinação da denominada acidez potencial ou de reserva (mmol _c $[H^+ + Al^{3+}] \cdot dm^{-3}$)	089
2.2.6.1- Procedimento	089
2.2.6.2- Cálculos	090
2.2.6.3- Explicação dos cálculos	090
2.2.7- Determinação da acidez trocável ([mEq-g H^+] / 100g TFSA)	091
2.2.7.1- Procedimento	092

2.2.7.2- Cálculos	092
2.2.7.3- Explicação dos cálculos	092
2.2.8- Determinação da acidez trocável (cmol_c acidez trocável H^+ / Kg TFSA)	093
2.2.8.1- Método do cloreto de potássio 1 N	094
2.2.8.1.1- Procedimento	094
2.2.8.1.2- Explicação dos cálculos	094
2.2.8.2- Método do cloreto de bário 0,1 M	096
2.2.8.2.1- Procedimento	096
2.2.8.2.2- Explicação dos cálculos	096
2.2.9- Determinação da acidez trocável ou efetiva $[\text{Al}^{3+} + \text{H}^+]$ ($[\text{mEq-g H}^+] / 100\text{g TFSA}$)	098
2.2.9.1- Procedimento	098
2.2.9.2- Explicação dos cálculos	099
2.2.9.3- Determinação Al^{3+} (mEq %)	100
2.2.9.4- Explicação dos cálculos	101
2.2.9.4.1- Expressão do resultado de Al^{3+} (meq %) em função do H^+	101
2.2.9.4.2- Expressão do resultado em função do Al^{3+}	103
2.2.10- Determinação da acidez trocável ou efetiva $[\text{Al}^{3+} + \text{H}^+]$ confirmação da presença de Al^{3+}	104
2.2.10.1- Procedimento	106
2.2.10.2- Explicação dos cálculos	107
2.2.11- Preparo dos reagentes	107
2.2.11.1- Solução extratora de acetato de cálcio 0,5 mol/L ou 1 N (pH 7,0 – 7,2)	107
2.2.11.2- Solução de hidróxido de sódio 0,025 mol/L	107
2.2.11.3- Padronização da solução de hidróxido de sódio 0,025N utilizando a solução hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio 0,05 N	108
2.2.11.3.1- Procedimento	108
2.2.11.3.2- Cálculos complementares	108
2.2.11.4- Solução de hidróxido de sódio 0,0606 N	109
2.2.11.5- Padronização da solução do hidróxido de sódio 0,0606N utilizando a solução hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio 0,05 N	109
2.2.11.5.1- Procedimento	109
2.2.11.5.2- Cálculos complementares	110

2.2.11.6-	Solução alcoólica de fenolftaleína 10 g/L ou 1%	110
2.2.11.7-	Solução alcoólica de fenolftaleína a 3%	110
2.2.11.8-	Solução alcoólica de fenolftaleína a 0,1%	110
2.2.11.9-	Solução de cloreto de potássio 1N	110
2.2.11.10-	Solução de cloreto de bário diidratado 0,1 M	111
2.2.11.11-	Solução de hidróxido de cálcio 1,0 N	111
2.2.11.12-	Solução fluoreto de sódio 4,2% (1 Mol/L)	111
2.2.11.13-	Solução de carbonato de sódio 0,05 N	111
2.2.11.14-	Solução de ácido clorídrico 0,1 M (0,1 N)	112
2.2.11.15-	Padronização do ácido clorídrico 0,1 M (0,1 N) com carbonato de sódio 0,05 N	112
2.2.11.15.1-	Procedimento	112
2.2.11.15.2-	Cálculo do fator de correção	113
2.2.11.16-	Preparo de soluções de outras molaridades de ácido clorídrico	114
2.2.11.17-	Solução de alaranjado de metila 0,1%	115
2.2.11.18-	Solução de índigo de carmim	115
2.2.11.19-	Solução mistura de alaranjado de metila-índigo de carmim	116
2.2.11.20-	Solução de ácido acético glacial ou ácido acético 2 N	116
3-	Determinação da alcalinidade em meio aquoso	117
3.1-	Material	124
3.2-	Reagentes	124
3.3-	Procedimento	124
3.3.1-	Método titulométrico amostra possui alcalinidade a fenolftaleína (Presença de OH^- e/ou CO_3^{2-} , CO_3^{2-} e HCO_3^-)	124
3.3.1.1-	Cálculos	125
3.3.1.2-	Exemplo	126
3.3.1.3-	Reações	126
3.3.2-	Método titulométrico amostra não possui alcalinidade a fenolftaleína (presença somente de HCO_3^-)	127
3.3.3-	Método titulométrico potenciométrico	128
3.3.3.1-	Cálculos	129
3.4-	Preparo dos reagentes	129
3.4.1-	Solução estoque de ácido sulfúrico 0,1 N	129
3.4.2-	Solução de ácido sulfúrico 0,02 N	129
3.4.3-	Solução estoque de ácido clorídrico 0,1 N	129

3.4.4- Solução de ácido clorídrico 0,02 N	129
3.4.5- Padronização do ácido clorídrico 0,02 N com solução de carbonato de sódio 0,02 N	130
3.4.5.1- Procedimento	130
3.4.6- Padronização do ácido clorídrico 0,02N com uma massa de carbonato de sódio	131
3.4.6.1- Procedimento	131
3.4.7- Solução indicadora de metilorange (alaranjado de metila) a 0,2%.	131
3.4.8- Solução de vermelho de metila 0,2%	132
3.4.9- Solução de vermelho de metila 0,1%	132
3.4.10- Solução de verde de bromocresol 0,2%	132
3.4.11- Solução de verde de bromocresol 0,1%	132
3.4.12- Solução alcoólica do indicador misto verde de bromocresol e vermelho de metila	133
3.4.13- Solução ortotolidina 0,1%	133
3.4.14- Solução tiosulfato de sódio 0,1 N (2,482 % p/v)	133
3.4.15- Solução indicador de fenolftaleína 1%	134
3.5- Determinação da acidez e alcalinidade em água mineral	135
3.5.1- Determinação da acidez	139
3.5.1.1- Procedimento	139
3.5.1.2- Cálculos	139
3.5.2- Determinação da alcalinidade	140
3.5.2.1- Procedimento	140
3.5.2.2- Cálculos	141
4- Determinação de alumínio, cálcio e magnésio no solo	142
4.1- Material	142
4.2- Reagentes	143
4.3- Extração	143
4.4- Procedimento	144
4.4.1- Determinação de alumínio	144
4.4.1.1- Explicação dos cálculos	145
4.4.2- Determinação de cálcio e magnésio	147
4.4.2.1- Explicação dos cálculos	148
4.4.3- Determinação de cálcio	149
4.4.3.1- Explicação dos cálculos	150
4.4.4- Determinação de magnésio	151
4.5- Preparo dos reagentes	152

4.5.1- Solução de cloreto de potássio 1 M (mol.L ⁻¹) ou 1N	152
4.5.2- Solução de hidróxido de sódio 0,025 mol/L (0,025N)	152
4.5.3- Solução indicadora de azul de bromotimol a 1 g/L ou 0,1%	152
4.5.4- Solução de cianeto de potássio a 100 g/L.	153
4.5.5- Solução-tampão pH 10	153
4.5.6- Coquetel tampão, trietanolamina, cianeto de potássio	154
4.5.7- Solução do sal dissódico de EDTA 0,05M ou 0,1N	154
4.5.8- Solução do sal dissódico de EDTA 0,0125M ou 0,025N	155
4.5.9- Solução do sal dissódico de EDTA 0,01M ou 0,02N	155
4.5.10- Solução de carbonato de cálcio 0,05M ou 0,1N	155
4.5.11- Solução de carbonato de cálcio 0,01M ou 0,02N	156
4.5.12- Solução de hidróxido de potássio a 100 g/L (10% m/v)	156
4.5.13- Solução de álcool metílico com bórax	156
4.5.14- Padronização da solução do sal dissódico de EDTA 0,05M ou 0,1N	157
4.5.14.1- Procedimento	157
i) Com uma solução de carbonato de cálcio	157
ii) Com uma massa de carbonato de cálcio	157
4.5.14.2- Cálculos	158
i) Padronização com solução de carbonato de cálcio	158
ii) Padronização com uma massa de carbonato de cálcio	158
4.5.15- Padronização da solução do sal dissódico de EDTA 0,0125 M ou 0,025N	160
4.5.15.1- Procedimento	160
4.5.16- Padronização da solução do sal dissódico de EDTA 0,01 M ou 0,02 N	160
4.5.16.1- Procedimento	160
4.5.17- Solução de ácido clorídrico	161
4.5.17.1- Solução de HCl 1:1 (50%)	161
4.5.17.2- Solução de HCl 1:3 (25%)	161
4.5.18- Solução de hidróxido de amônio 3,0 mol.L ⁻¹	162
4.5.19- Solução indicadora de sal sódico de negro de eriocromo-T	162
4.5.19.1- Preparação segundo SILVA, SANTOS, COSCIONE, VITI, et al. (2009) e SILVA (1999)	163
4.5.19.2- Preparação segundo SILVA, OLIVEIRA (2001) e APHA/AWWA/WEF (2012)	163

4.5.19.3- Sal Indicador Negro de Eriocromo T na forma sólida	163
4.5.20- Indicador ácido calconcarbônico + sulfato de sódio	163
4.5.21- Indicador ácido calconcarbônico + NaCl (0,2%)	165
4.5.21.1- Indicador ácido calconcarbônico + NaCl (1%)	165
4.5.22- Indicador Calmagita	165
4.5.23- Indicador Murexida	166
4.5.23.1- Preparação Murexida a 0,5% (RAIJ, 1996; MOUCHREK FILHO, NASCIMENTO, 2005)	166
4.5.23.2- Preparação Murexida a 0,5% (VETORI, 1969; DONAGEMA, CAMPOS, CALDERANO, TEIXEIRA, VIANA, 2011)	167
4.5.24- Indicador azul de hidroxinaftol	167
4.5.25- Solução de água de bromo	167
5- Determinação de cálcio, magnésio e alumínio, bismuto e chumbo, níquel em soluções aquosas	168
5.1- Material	168
5.2- Reagentes	168
5.3- Determinação de cálcio e magnésio (dureza total)	169
5.3.1- Procedimento	172
5.3.2- Cálculos	174
5.3.3- Informações	174
5.4- Determinação do teor de cálcio e magnésio	175
5.4.1- Procedimento	175
5.4.2- Cálculos	176
5.4.2.1- Expresso em carbonato de cálcio	176
5.4.3- Determinação do teor de magnésio	176
5.4.4- Determinação do estágio de saturação de CaCO₃ de uma amostra de água (Teste de Mármore ou da estabilidade do carbonato de cálcio)	176
5.4.4.1- Cálculos	177
5.5- Avaliação de cálcio e magnésio em água mineral	178
5.5.1- Determinação da dureza total para água mineral	178
5.5.2- Determinação do teor de cálcio e magnésio de uma água mineral	179
5.5.2.1- Procedimento	179
5.5.2.2- Cálculos	179
5.6- Determinação de cálcio e magnésio em água do mar	180
5.6.1- Determinação do teor de cálcio e magnésio	181
5.6.1.1- Cálculos	181

5.6.2- Determinação do teor de cálcio utilizando indicador murexida	182
5.6.2.1- Cálculos	183
5.6.2.1.1- Expresso em carbonato de cálcio	183
5.4.2.1.2- Expresso em cálcio	183
5.7- Determinação do alumínio	184
5.7.1- Procedimento	187
5.7.1.1- Método de comparação visual, utilizando-se tubos de Nessler	187
5.7.1.2- Método colorimetria do aluminon (ácido aurintricarboxílico)	189
5.7.1.2.1- Preparação da curva-padrão	189
5.7.1.3- Método Eriocromo cianina-R	190
5.7.1.3.1- Procedimento	192
i) Preparo da curva analítica (de calibração)	192
ii) Avaliação de amostras que apresentam complexos de fosfatos	194
iii) Remoção da interferência de fosfatos	195
iv) Correção para as amostras que contêm flúor	195
5.8- Determinação do teor de cálcio em secantes industriais (titulação de retorno)	195
5.8.1- Procedimento	196
5.8.2- Cálculos	196
5.9- Determinação simultânea de bismuto e chumbo em solução aquosa	198
5.9.1- Procedimento	198
5.9.2- Cálculos	198
5.10- Determinação de níquel - titulação de retorno	200
5.10.1- Procedimento	200
5.10.2- Cálculos	201
5.11- Preparo dos reagentes	203
5.11.1- Solução do sal dissódico de EDTA 0,01 M (M/100)	203
5.11.2- Solução de ácido acético 1N	203
5.11.3- Solução tampão	203
5.11.3.1- Solução de acetato de sódio/ácido acético (pH = 4,7)	203
5.11.3.2- Solução de hidróxido de amônio ($d = 0,98 \text{ g.cm}^{-3}$) / ácido acético glacial (pH = 5,3)	203
5.11.4- Solução tampão (pH = $10 \pm 0,1$)	204

5.11.5- Hidróxido de amônio 3 M	204
5.11.6- Solução indicadora de sal sódico de negro de eriocromo-T ou sal indicador negro de eriocromo T na forma sólida	204
5.11.7- Indicador calmagita	204
5.11.8- Indicador ácido calconcarbônico	204
5.11.9- Solução padrão de carbonato de cálcio 0,02 N	204
5.11.10- Solução de hidróxido de sódio	205
5.11.10.1- Solução de hidróxido de sódio 6N	205
5.11.10.2- Solução de hidróxido de sódio 1N ou 1M	205
5.11.10.3- Solução de hidróxido de sódio 0,1N	205
5.11.10.4- Solução de hidróxido de sódio 2%	206
5.11.10.5 - Solução de hidróxido de sódio 10%	206
5.11.11- Solução de ácido sulfúrico	206
5.11.11.1- Solução de ácido sulfúrico 0,02N	206
5.11.11.2- Solução de ácido sulfúrico 6 N	206
5.11.12- Solução eriocromo cianina-R	206
5.11.12.1- Solução de eriocromo cianina-R (estoque 1)	207
5.11.12.2- Solução de eriocromo cianina-R (estoque 2)	207
5.11.12.3- Solução de trabalho eriocromo cianina-R (solução de trabalho - TB)	208
5.11.13- Solução estoque de alumínio (1mL = 500 µg Al)	208
5.11.13.1- Preparada com o metal	208
5.11.13.2- Preparado com o sulfato duplo de alumínio e potássio – $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	208
5.11.13.3- Solução padrão de alumínio (1mL = 5 µg Al)	209
5.11.13.4- Outras formas de preparação da solução padrão de alumínio	209
a) Solução-padrão estoque de alumínio (contendo 100 ppm de Al)	209
b) Solução-padrão de uso de alumínio (contendo 5 ppm de Al)	210
c) Solução estoque (padrão) de alumínio (1 mL = 1,00 mg Al. L^{-1})	210
5.11.14- Solução de ácido ascórbico	210
5.11.14.1- Solução de ácido ascórbico 0,1%	210
5.11.14.2- Solução de ácido ascórbico 1%	210
5.11.15- Solução indicadora de metilorange ou verde de bromocresol	211

5.11.16-	Solução de aluminon 0,1 %	211
5.11.17-	Solução de ácido benzóico a 10% em álcool metílico	212
5.11.18-	Solução de cloreto de cálcio	212
5.11.18.1-	Solução de cloreto de cálcio 0,1 mol/L	212
5.11.18.2-	Solução de cloreto de cálcio 0,01 mol/L	212
5.11.19-	Solução de gelatina a 1,0%	212
5.11.20-	Solução estoque de ácido clorídrico 0,1 N	212
5.11.21-	Reativo composto	213
5.11.22-	Solução padrão de cloreto de Zinco 0,01 M	213
5.11.23-	Solução de alaranjado de xilenol	213
5.11.24-	Solução de hexametilenotetramina	214
5.11.25-	Solução de trietanolamina a 20%	214
5.11.26-	Solução de murexida	214
6-	Determinação da turbidez – método nefelométrico	215
6.1-	Material	228
6.2-	Reagentes	228
6.3-	Procedimento	228
6.3.1-	Utilizando o turbidímetro	228
6.3.2-	Cálculo	229
6.3.3-	Utilizando o espectrofotômetro	230
6.3.4-	Determinação da transparência com disco de Secchi	231
6.4-	Preparo dos reagentes	232
6.4.1-	Água isenta de turbidez	232
6.4.2-	Padrão primário de formazina – Suspensão estoque de turbidez a 4000	232
6.4.3-	Padrão secundário de formazina - Suspensão estoque de turbidez 40 UTN	233
6.4.4-	Padrões secundários de formazina - Suspensão estoque de turbidez variando de 10 até 100 UTN	234
7-	Determinação da cor - método de comparação visual e espectrofotométrico	235
7.1-	Material	239
7.2-	Reagentes	239
7.3-	Procedimento	240
7.3.1-	Método comparação visual - cor aparente	240
7.3.2-	Método Comparação visual - cor verdadeira	241
7.3.3-	Método do colorímetro comparador com discos de cor - cor aparente	241

7.3.4- Método do colorímetro comparador com discos de cor - cor verdadeira	242
7.3.5- Método com espectrofotômetro - cor aparente	243
7.3.6- Método com espectrofotômetro - cor verdadeira	243
7.4- Preparo dos reagentes	243
7.4.1- Solução-padrão primária de cor 500 uH	243
7.4.2- Solução-padrão primária de cor 100 uH	244
7.4.3- Soluções-padrões secundárias de cor	244
7.4.3.1- Padrões de cor contendo 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 45, 50, e 100 unidades de cor (UC ou uH)	244
7.4.3.2- Padrões de cor contendo 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60 e 70 unidades de cor (UC ou uH)	245
8- Determinação da condutividade	246
8.1- Meio Aquoso	246
8.1.1- Material	259
8.1.2- Reagentes	260
8.1.3- Procedimento	260
8.1.4- Preparo dos reagentes	260
8.1.4.1- Solução padrão de cloreto de potássio 0,010 mol/L (1412 μ mos/cm)	260
8.1.4.2- Água livre de dióxido de carbono	261
8.1.5- Calibração do condutímetro método da Farmacopéia Brasileira – 5ª. Edição	262
8.1.5.1- Procedimento de calibração	262
8.1.5.2- Água Ultrapurificada	267
8.2- Condutividade elétrica do extrato aquoso de solo	269
8.2.1- Materiais	269
8.2.2- Reagentes	269
8.2.3- Procedimento	270
8.2.4- Preparo do reagente	270
8.2.4.1- Solução de limpeza do eletrodo	270
9- Determinação de sólidos e algumas características de amostras semi-sólidas	271
9.1- Material	274
9.2- Procedimento	276
9.2.1- Total de sólidos secos a 103-105°C ou sólidos totais (ST)	276
9.2.1.2- Cálculos	277

9.2.2- Total de sólidos fixos (STF) e voláteis (STV) incinerados (ignizados, queimados) a 550°C	277
9.2.2.1- Cálculos	278
9.2.3- Sólidos Totais Voláteis (STV)	278
9.2.4- Total de sólidos suspensos secos ou não filtráveis	279
9.2.4.1- Cálculos	280
9.2.5- Total de sólidos dissolvidos secos a 180°C	281
9.2.5.1- Cálculos	283
9.2.6- Sólidos sedimentáveis	284
9.2.6.1- Procedimento	284
9.2.7- Sólidos voláteis, fixos, total em amostras semi-sólidas	285
9.2.7.1- Procedimento	286
9.2.7.2- Cálculos	288
9.3- Determinação de outras características em amostras fluidas de lodo	289
9.3.1- Determinação de índice volumétrico de lodo	289
9.3.1.1- Procedimento	290
9.3.1.2- Cálculos	292
9.3.2- Determinação do peso específico de amostras fluidas de lodo (PEL)	292
9.3.2.1- Procedimento	292
9.3.2.2- Cálculos	293
9.3.3- Determinação do teor de umidade de amostras fluidas de lodo	293
9.3.3.1- Procedimento	293
9.3.3.2- Cálculo	294
10- Determinação Índice Langelier (ISL) ou de Saturação (IS), do Índice de Ryzner (IR) e do Índice de Estabilidade de Puckorius (IP)	295
10.1- Índice de Langelier (ISL) ou de Saturação (IS)	295
10.2- Índice de Ryzner (IR)	310
10.3- Índice de Puckorius (IP ou PSI)	311
11- Determinação do oxigênio consumido	314
11.1- Introdução	314
11.2- Demanda teórica de Oxigênio (DTO)	319
11.3- Materiais	323
11.4- Reagentes	323

11.5- Procedimento	324
11.5.1- Metodologia para oxigênio consumido segundo CETESB (1978)	324
11.5.1.1- Cálculos	325
11.5.1.2- Expressar o resultado de matéria orgânica como KMnO_4 consumido	326
11.5.2- Metodologia para oxigênio consumido segundo NBR 10739/1989	327
11.5.2.1- Cálculos	327
11.5.3- Resultados obtidos para oxigênio consumido da água de torneira, destilada e deionizada medidos pelas duas metodologias em laboratórios diferentes	328
11.5.4- Metodologia para oxigênio consumido segundo COLOMBO (2010d)	329
11.5.4.1- Cálculos	330
11.5.5- Metodologia para oxigênio consumido segundo ZENEBON, PASCUET, TIGLEA (2008)	331
11.5.5.1- Cálculos	331
11.5.6- Determinação da matéria orgânica (oxigênio consumido) ensaio rápido de substâncias oxidáveis	332
11.5.6.1- Procedimento	332
11.5.6.2- Interpretação do resultado	332
11.5.7- Substâncias oxidáveis método farmacopeico para água purificada	332
11.5.7.1- Procedimento	332
11.5.8- Determinação do material oxidável em água do mar	333
11.5.8.1- Procedimento	334
11.5.8.2- Cálculos	334
11.5.9- Tratamento resíduo da análise – presença de crômio	335
11.5.9.1- Procedimento	335
11.6- Preparo dos reagentes	336
11.6.1- Solução de ácido sulfúrico	336
11.6.1.1- Solução de ácido sulfúrico 50% (v/v) e 25% (v/v)	336
11.6.1.2- Solução de ácido sulfúrico 1:3	337
11.6.1.3- Solução de ácido sulfúrico 3 N	337
11.6.2- Solução saturada a 20% de hidrogenocarbonato de sódio (bicarbonato de sódio) ou de hidrogenocarbonato de potássio (bicarbonato de potássio)	337

11.6.3- Preparo da solução 0,1 N de permanganato de potássio	338
11.6.4- Solução de permanganato de potássio N/80 ou 0,0125 N (ou 0,417 g de KMnO_4 / 1000 mL) ou 0,0025 mol/L	340
11.6.4.1- Preparando a solução de permanganato de potássio N/80 ou 0,0125 N ou 0,0025 mol/L	340
11.6.4.2- Preparando a solução de permanganato de potássio N/80 ou 0,0025 mol/L utilizando-se o processo de diluição	340
11.6.4.3- Preparando a solução de permanganato de potássio N/80 ou 0,0025 mol/L utilizando-se o processo de diluição	341
11.6.5- Solução de permanganato de potássio 0,05 N	341
11.6.6- Solução de permanganato de potássio 0,02 M	342
11.6.6.1- Preparo de soluções de permanganato de potássio em outras molaridades	342
11.6.7- Solução de oxalato de sódio	343
11.6.7.1- Solução padrão de oxalato de sódio - 1mL possui 1 mg de oxalato	343
11.6.7.2- Solução padrão de oxalato de sódio 0,1 N	344
11.6.7.3- Solução de oxalato de sódio 0,01 N	344
11.6.7.4- Solução de oxalato de sódio 0,025 M ou 0,05 N	344
11.6.7.5- Solução de oxalato de sódio 0,00625 M ou 0,0125 N ou N/80	345
11.6.8- Solução de ácido oxálico 0,5 M	346
11.6.8.1- Preparação de soluções de ácido oxálico em outras concentrações	346
11.6.9 - Soluções de dicromato de potássio	346
11.6.9.1- Solução de dicromato de potássio 1 N ou 0,1667 M	347
11.6.9.2- Solução de dicromato de potássio 0,1 N ou 0,01667 M	347
11.6.9.3- Solução de dicromato de potássio 0,05 N	348
11.6.9.4- Solução de dicromato de potássio 0,0028 N	349
11.6.9.5- Solução de dicromato de potássio 0,04167 M ou 0,25 N	349
11.6.10- Soluções indicadoras	350
11.6.10.1- Solução indicadora difenilamina a 1% ou 0,5% (em H_2SO_4 - 4:1)	350

11.6.10.2- Solução indicadora ácido N-fenilntranílico (Diphenylamine-2- carboxylic acid)	350
11.6.10.3- Solução indicadora difenilaminsulfonato de sódio ou ácido difenilamino-4-sulfônico, sal de sódio	351
11.6.10.4- Solução indicadora ferroina	352
11.6.11- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado (FAS)	352
11.6.11.1- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,25N ou 0,25M	352
11.6.11.2- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,1N ou 0,1 M	353
11.6.11.3- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,05N ou 0,05 M ou 19,61 g/L	353
11.6.11.4- Solução FAS (Sulfato ferroso amoniacal hexaidratado) (com pureza 99,3%) 0,0028 N ou 0,0028 M	353
11.6.12- Padronização da solução de permanganato de potássio	354
11.6.12.1- Padronização da solução 0,1N de permanganato de potássio	354
11.6.12.1.1- Procedimento	354
11.6.12.1.2- Cálculos	355
11.6.12.2- Padronização da solução de permanganato de potássio N/80 ou 0,0125N (ou 0,417 g de $KMnO_4$ / 1000 mL) ou 0,0025 mol/L	357
11.6.12.2.1- Procedimento	357
11.6.12.2.2- Cálculos	357
11.6.12.3- Padronização da solução de permanganato de potássio 0,05 N	358
11.6.12.3.1- Procedimento	358
11.6.12.3.2- Cálculos	359
11.6.12.4- Padronização da solução de permanganato de potássio 0,02 M	360
11.6.12.4.1- Procedimento	360
11.6.12.4.2- Cálculos	360
11.6.13- Padronização da solução de dicromato de Potássio	361
11.6.13.1- Padronização da solução de dicromato de potássio contra ferro (com ferro metálico)	362
11.6.13.1.1- Procedimento	362

11.6.13.1.2- Cálculos	364
11.6.14- Padronização da solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado (FAS)	365
11.6.14.1- Determinação da pureza do sal de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado	365
11.6.14.1.1- Procedimento	365
11.6.14.1.2- Cálculos	365
11.6.14.2- Padronização da solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado (FAS) 0,25 N ou 0,25 M	366
11.6.14.2.1- Procedimento	366
11.6.14.2.2- Cálculos	367
11.6.14.3- Padronização da solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,1 N ou 0,1 M	367
11.6.14.3.1- Procedimento	367
11.6.14.3.2- Cálculos	368
11.6.14.4- Padronização da solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,05 N ou 0,05 M ou 19,61 g/L	368
11.6.14.4.1- Procedimento	369
11.6.14.4.2- Cálculos	369
11.6.14.5- Padronização da solução FAS (Sulfato ferroso amoniacal hexaidratado) (com pureza 99,3%) 0,0028 N ou 0,0028 M	371
11.6.14.5.1- Procedimento	371
11.6.14.5.2- Cálculos	371
12- Determinação da matéria orgânica no solo	372
12.1- Materiais	379
12.2- Reagentes	379
12.3- Procedimentos	380
12.3.1- Procedimento adaptado CAMARGO, MONIZ, JORGE, VALADARES (2009)	380
12.3.1.1- Cálculos	382
12.3.2- Procedimento adaptado MENDES, OLIVEIRA (2009)	384
12.3.2.1- Cálculos	386
12.3.2.2- Cálculo envolvendo o valor 0,003	387
12.3.2.3- Outras relações de interesse	388
12.3.3- Procedimento adaptado LUCHESE, FAVERO, LENZI (2002)	389

12.3.3.1- Cálculos	390
12.3.3.2- Cálculo sobre o valor 3,896	390
12.3.4- Procedimento Walkley-Black adaptado BOARETTO (2012)	394
12.3.4.1- Cálculos	395
12.3.5- Procedimento Walkley-Black adaptado MYLAVARAPU (2011)	395
12.3.5.1- Cálculos	397
12.3.6- Procedimento Walkley-Black adaptado BOYD, WOOD, THUNJAI (2002)	401
12.3.6.1- Cálculos	402
12.3.7- Procedimento Walkley-Black adaptado SILVA, SANTOS, COSCIONE, VITI, et al. (2009); Adaptado DONAGEMA, CAMPOS, CALDERANO, TEIXEIRA, VIANA (2011)	403
12.3.7.1- Cálculos	404
12.4- Preparo dos reagentes	406
12.4.1- Solução de dicromato de potássio	406
12.4.1.1- Solução de dicromato de potássio 1N ou 0,1667 M	406
12.4.1.2- Solução de bicromato de potássio 0,2 mol.L ⁻¹ (1,1999 N = 1,20 N)	406
12.4.1.3- Solução de bicromato de potássio 0,0667 mol.L ⁻¹ (0,4 N)	407
12.4.2- Soluções de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado (FAS)	408
12.4.2.1- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado (FAS) 0,25N ou 0,25M	408
12.4.2.2- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,5N ou 0,5M	408
12.4.2.3- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,4N ou 0,4M	408
12.4.2.4- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,05 mol.L ⁻¹	409
12.4.2.5- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,1 mol.L ⁻¹	409
12.4.3- Solução sulfato ferroso heptaidratado (SFH)	409
12.4.3.1- Solução sulfato ferroso heptaidratado (SFH) 1,0N ou 1 mol.L ⁻¹	409

12.4.3.2- Solução sulfato ferroso heptaidratado (SFH) 0,5N ou 0,5 mol.L ⁻¹	410
12.4.4- Solução indicadora difenilamina a 1% ou 0,5% (em H ₂ SO ₄ - 4:1)	410
12.4.5- Solução indicadora ferroína	410
12.4.5.1- Solução indicadora ferroína APHA/AWWA/WEF (2012)	410
12.4.5.2- Solução indicadora ferroína adaptado COMBS, NATHAN (2011)	411
12.4.6- Padronização da solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,5N ou 0,5 M ou 196,1 g/L	411
12.4.6.1- Procedimento	411
12.4.6.2- Cálculos	411
12.4.7- Padronização da solução de sulfato ferroso heptaidratado 1N ou 1M (mol.L ⁻¹)	413
12.4.7.1- Procedimento	413
12.4.7.2- Cálculos	413
12.4.8- Solução de hidróxido de sódio 6 N	414
13- Determinação do oxigênio dissolvido	415
13.1- Introdução	415
13.2- Solubilidade de oxigênio nas águas	417
13.3- Informações sobre métodos de determinação de oxigênio dissolvido	436
13.4- Reações envolvidas no método de Winkler	451
13.5- Materiais	456
13.6- Reagentes	456
13.7- Procedimento	457
13.7.1- Interferências na determinação do OD	457
13.7.1.1- Interferência de nitrito	458
13.7.1.2- Interferência do Fe ³⁺	458
13.7.1.3- Interferência do Fe ²⁺	459
13.7.2- Higienização dos frascos para coleta de amostras para análise de oxigênio dissolvido	460
13.7.2.1- Procedimento de higienização (retirada de resíduos e desinfecção) no preparo dos frascos de OD	460
13.7.3- Amostragem para avaliação de OD	461

13.7.3.1- Procedimento 1	463
13.7.3.2- Procedimento 2	464
13.7.4- Teste da presença de impurezas oxidantes nos reagentes	468
13.7.5- Metodologia de Winkler com a presença dos íons Fe^{2+} - Permanganato Modificação	468
13.7.6- Cálculos	470
13.7.6.1- Cálculos realizados através da dedução de uma fórmula.	470
13.7.6.2- Ajustando a fórmula para cálculo da quantidade de oxigênio dissolvido (OD) (mg/L)	473
13.7.6.3- Exemplos de cálculos	473
13.7.6.4- Cálculos realizados através do uso do conceito de mol	474
13.7.6.5- Exemplo	475
13.7.7- Metodologia de Winkler utilizando cloreto manganoso para fixação de oxigênio nas amostras no local de coleta	476
13.7.7.1- Cálculos	478
13.7.8- Preparo dos reagentes	479
13.7.8.1- Solução de cloreto manganoso 3 M ($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)	479
13.7.8.2- Solução de sulfato manganoso ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{XH}_2\text{O}$) (2,15 M)	479
13.7.8.3- Soluções alcalinas de iodeto e de iodeto 10%	480
13.7.8.3.1- Solução alcalina de iodeto-azida	480
13.7.8.3.2- Solução alcalina de iodeto	481
13.7.8.3.3- Solução alcalina de iodeto (MAR.MIL, 2011)	481
13.7.8.3.4- Solução de iodeto de potássio 10%	481
13.7.8.4- Solução de tiosulfato de sódio	482
13.7.8.4.1- Solução tiosulfato de sódio 0,1 N (2,5 % p/v)	482
13.7.8.4.2- Solução de tiosulfato de sódio $6,25 \times 10^{-3}$ mol/L (0,00625 N = N/160)	483
13.7.8.4.3- Solução de tiosulfato de sódio 0,025 N (N/40) (0,025 M)	483
13.7.8.4.4- Solução de tiosulfato de sódio 0,0125 N (N/80)	484
13.7.8.4.5- Solução de tiosulfato de sódio 0,0375 N	484
13.7.8.4.6- Solução de tiosulfato de sódio 0,01 M (0,01 N)	484
13.7.8.4.7- Solução de tiosulfato de sódio 1 M ou 1 N	485

13.7.8.5- Padronização da solução de tiosulfato de sódio com dicromato de potássio	485
13.7.8.6- Soluções de bi-iodato de potássio	486
13.7.8.6.1- Solução bi-iodato de potássio 0,0375 N (0,00313 M)	487
13.7.8.6.2- Solução bi-iodato de potássio 0,025 N (0,002083 M)	487
13.7.8.6.3- Solução bi-iodato de potássio 0,01 N (0,000833 ou $8,33 \times 10^{-4}$ M)	487
13.7.8.6.4- Solução bi-iodato de potássio 0,0021 M (0,0252 N)	488
13.7.8.7- Solução iodato de potássio 0,1 N (0,01666 M)	488
13.7.8.8- Padronização das soluções de tiosulfato de sódio com solução de bi-iodato de potássio e de iodato de potássio	489
13.7.8.8.1- Padronização da solução de tiosulfato de sódio 0,025 M (0,025 N) com solução de bi-iodato de potássio 0,0021 M (0,0252 N)	489
13.7.8.8.2- Padronização da solução de tiosulfato de sódio 0,025M (0,025 N) com a solução iodato de potássio 0,1 N	490
13.7.8.8.3- Padronização da solução de tiosulfato de sódio $6,25 \times 10^{-3}$ mol/L (0,00625 N = N/160) com a solução iodato de potássio 0,1 N	492
13.7.8.9- Solução goma de amido	493
13.7.8.9.1- Solução goma de amido 1,0%	493
13.7.8.9.2- Solução goma de amido 2%	493
13.7.8.10- Solução de permanganato de potássio 0,04 M	493
13.7.8.11- Solução de hidróxido de sódio	494
13.7.8.11.1- Solução de hidróxido de sódio 30%	494
13.7.8.11.2- Solução de hidróxido de sódio 6 N	494
13.7.8.12- Soluções de oxalato de potássio hidratado e de sódio	495
13.7.8.12.1- Solução de oxalato de potássio hidratado 0,1 M	495
13.7.8.12.2- Solução padrão de oxalato de Sódio 0,1 M	495
14- Determinação da bioquímica de oxigênio (DBO_{5,20}) (5 dias, 20°C)	496
14.1- Material	507
14.2- Reagentes	508

14.3- Metodologia	508
14.3.1- Preparo da água saturada de oxigênio	508
14.3.2- Preparo da água da água de diluição	510
14.3.2.1- Procedimento	510
14.3.3- Preparo do inóculo (semente)	511
14.3.4- Pré-preparo da amostra	512
14.3.5- Padronização de todo o sistema de determinação de DBO	513
14.3.5.1- Procedimento para incubar o branco	513
14.3.5.2- Procedimento para validar a resposta da determinação de DBO com a utilização de padrão ácido glutâmico/glucose	516
14.3.5.3- Procedimento para incubar o branco com a presença do inóculo (semente) ou com o BODseed	520
14.3.5.4- Cálculo da DBO	523
14.3.5.4.1- Depleção do branco	523
14.3.5.4.2- Depleção do branco com a presença do inóculo (semente) ou com o BODseed	524
14.3.5.4.3- Cálculo da DBO <u>sem a utilização</u> do valor da depleção da água de diluição ou de semente (inóculo)	524
14.3.5.4.4- Cálculo da DBO com a utilização do valor da depleção da água de diluição (com nutrientes) e/ou de semente (inóculo)	526
14.3.5.4.5- Exemplos de cálculos	528
14.3.5.4.6- Demanda nitrogenada e inibidor de nitrificação	538
14.3.5.4.7- Cálculo da DBO _{TOTAL} ou DBO _{ULT}	540
14.3.5.4.8- Demanda Teórica de Oxigênio (DTeO)	541
14.4- Preparo dos reagentes	542
14.4.1- Solução ortotolidina 0,1%	542
14.4.2- Solução tiosulfato de sódio	542
14.4.2.1- Solução tiosulfato de sódio 1M	542
14.4.2.2- Solução tiosulfato de sódio 3,25 g/L	543
14.4.3- Solução-tampão de fosfato pH 7,2 (25°C) - Padrão primário	543
14.4.4- Solução de hidróxido de sódio 40% ou 1M (1N)	543
14.4.5- Solução de sulfato de magnésio 2,25 %	543
14.4.6- Solução de cloreto de cálcio 2,75%	544
14.4.7- Solução de cloreto férrico hexaidratado 0,0025%	544

14.4.8- Solução padrão de ácido glutâmico/ glucose com DBO aproximada de $194 \pm 29 \text{ mg O}_2 \cdot \text{L}^{-1}$	544
14.4.9- Inibidores de nitrificação	545
14.4.9.1- Solução do 2 cloro-6-(triclorometil) piridina (TCMP)	545
14.4.9.2- Solução de aliltioréia (ATU)	545
15- Determinação da demanda química de oxigênio (DQO)	546
15.1- Material	554
15.2- Reagentes	556
15.3- Procedimento	556
15.3.1- Método de refluxo aberto para amostras com DQO menor que $50 \text{ mg O}_2 \cdot \text{L}^{-1}$	557
15.3.1.1- Cálculos	558
15.3.1.2- Reações químicas	559
15.3.2- Método de refluxo fechado titulométrico	563
15.3.2.1- Cálculos	565
15.3.3- Método de refluxo fechado colorimétrico	565
15.3.3.1- Cálculos	569
15.4- Preparo dos reagentes	570
15.4.1- Soluções de bicromato de potássio	570
15.4.1.1- Solução de bicromato de potássio $0,04167 \text{ M}$ ou $0,25\text{N}$	570
15.4.1.2- Solução de bicromato de potássio $0,004167 \text{ M}$ ou $0,025\text{N}$ por diluição da solução bicromato de potássio $0,04167 \text{ M}$ ou $0,25 \text{ N}$	570
15.4.1.3- Solução de bicromato de potássio $0,004167 \text{ M}$ ou $0,025 \text{ N}$	571
15.4.2- Solução de ferroína	571
15.4.3- Soluções de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado	571
15.4.3.1- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado $0,25 \text{ N}$ ou $0,25 \text{ M}$	571
15.4.3.2- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado $0,025 \text{ N}$ ou $0,025 \text{ M}$	572
15.4.3.3- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado $0,1 \text{ N}$ ou $0,1 \text{ M}$	572
15.4.4- Solução de ácido sulfúrico reagente (ácido sulfúrico / sulfato de prata)	572
15.4.5- Soluções digestoras de dicromato de potássio	573

15.4.5.1- Solução digestora de dicromato de potássio 0,01667 M (0,1000 N)	573
15.4.5.2- Solução digestora de dicromato de potássio 0,03473 M \cong 0,0350 M (0,2099 N \cong 0,21 N) (alta faixa de DQO)	573
15.4.5.3- Solução digestora de dicromato de potássio 0,003473 M \cong 0,00350 M (0,02099 N \cong 0,021 N) (baixa faixa de DQO)	574
15.4.6- Solução padrão hidrogenoftalato de potássio ou biftalato de potássio	574
16- Determinação da série nitrogenada em meio aquoso	576
16.1- Material	589
16.2- Reagentes	591
16.3- Metodologia	593
16.3.1- Determinação do nitrogênio amoniacal (NH₃ e/ou NH₄⁺) e nitrogênio orgânico	593
16.3.1.1- Destilação preliminar no preparo da amostra, branco e padrões	593
16.3.1.2- Método de determinação teor de amônia por fenato (indofenol)	595
16.3.1.2.1 - Procedimento	597
16.3.1.3- Método de determinação teor de amônia por titulometria	598
16.3.1.3.1- Metodologia sem uso de indicador tendo como referência o pH de solução de ácido bórico diluída	599
16.3.1.3.2- Cálculos	600
16.3.1.4- Método de determinação de nitrogênio total (Kjeldahl)	601
16.3.1.4.1- Etapas do método Kjeldahl	602
a- Digestão	602
b- Destilação	605
c- Avaliação do teor de amônia	606
16.3.1.4.2- Determinação do nitrogênio – Processo micro-Kjeldahl (Avaliação do teor de amônia por titulação)	607
16.3.1.4.2.1- Cálculos	610
16.3.1.4.3- Determinação do nitrogênio – Processo micro-Kjeldahl (Avaliação do teor de amônia por método fenato)	614

16.3.1.4.4- Determinação do nitrogênio – Processo macro-Kjeldahl (Método nesslerização)	616
1- Limpeza do sistema de destilação	617
2- Seleção do volume da amostra	617
3- Destilação preliminar de amônia	617
4- Digestão	618
5- Remoção da amônia	618
6- Nesslerização e leitura	618
16.3.1.4.5- Metodologia alternativa para determinação do íon amônio NH_4^+	619
16.3.1.4.5.1- Cálculos	619
16.3.2- Determinação do teor de nitrito (NO_2^-)	621
16.3.2.1- Procedimento	623
16.3.3- Determinação do teor de nitrato (NO_3^-)	626
16.3.3.1- Determinação do teor de nitrato (NO_3^-) método espectrofotométrico (com ácido fenoldissulfônico)	627
16.3.3.1.1- Procedimento	628
16.3.3.2- Determinação de nitrato pelo método espectrofotométrico utilizando ultravioleta	629
16.3.3.2.1- Procedimento	630
16.3.3.2.2- Cálculos	631
16.3.3.3- Determinação do teor de nitrato (NO_3^-) método eletrodo íon-específico	633
16.4- Preparo dos reagentes	635
16.4.1- Solução tiosulfato de sódio	635
16.4.1.1- Solução tiosulfato de sódio $3,125 \text{ g.L}^{-1}$ (0,0125 N)	635
16.4.1.2- Solução tiosulfato de sódio 3,5 g/L	635
16.4.2- Soluções de hidróxido de sódio	635
16.4.2.1- Solução estoque de hidróxido de sódio (95%) 1N (42 g/L ou 4,2% p/v)	635
16.4.2.2- Solução estoque hidróxido de sódio 6N (252 g.L^{-1} ou 25,2% p/v) (pureza 95,24%)	636
16.4.2.3- Solução estoque hidróxido de sódio 4N (168 g.L^{-1} ou 16,8% p/v)	636
16.4.2.4- Solução hidróxido de sódio 0,1N (4,2 g/L ou 0,42% p/v)	637
16.4.2.5- Solução hidróxido de sódio 0,2N (8,3 g/L ou 0,83% p/v)	637

16.4.2.6- Solução hidróxido de sódio 0,02 N (0,83 g/L)	637
16.4.2.7- Solução hidróxido de sódio 50%	638
16.4.3- Solução indicadora mista em álcool, de vermelho de metila e verde de bromocresol	638
16.4.4- Solução de vermelho de metila 0,1%	639
16.4.5- Solução de ácido clorídrico	639
16.4.5.1- Solução de ácido clorídrico 0,1 N	639
16.4.5.2- Solução de ácido clorídrico 1 N	639
16.4.5.3- Solução de hidróxido de amônio (NH ₄ OH) 1 N ou 1 mol.L ⁻¹	639
16.4.6- Solução de tetraborato de sódio 0,025 M	640
16.4.7- Solução tampão de borato	640
16.4.8- Solução de ácido bórico	640
16.4.8.1- Solução de ácido bórico 20 g.L ⁻¹ (2% ≅ 0,32 M ou ≅ 0,97 N)	640
16.4.8.2- Solução de ácido bórico 40 g.L ⁻¹ (4% ≅ 0,65 M ou ≅ 1,94 N)	641
16.4.9- Solução de ácido sulfúrico	641
16.4.9.1- Solução de ácido sulfúrico 4,6 mM	641
16.4.9.2- Solução de ácido sulfúrico 0,02 N	641
16.4.9.3- Solução de ácido sulfúrico 0,2 N	641
16.4.9.4- Solução de ácido sulfúrico 6 N	642
16.4.10- Solução mista indicadora vermelho de metila e azul de metileno	642
16.4.11- Solução de fenol	643
16.4.11.1- Solução de fenol a 5%, preparada com produto sólido (m/v)	643
16.4.11.2- Solução de fenol preparada com solução líquida comercial	643
16.4.12- Solução de nitroprussiato de sódio diidratado (m/v)	644
16.4.12.1- Solução de nitroprussiato de sódio diidratado 0,05%	644
16.4.12.2- Solução de nitroprussiato de sódio diidratado 0,5%	644
16.4.13- Solução de fenol e nitroprussiato de sódio diidratado	644
16.4.14- Solução oxidante (alcalina clorada)	645
16.4.14.1- Solução de hipoclorito de sódio e hidróxido de sódio	645

16.4.14.2- Solução de hidróxido de sódio, citrato trisódio diidratado e dicloroisocianurato de sódio diidratado	645
16.4.14.3- Solução de hidróxido de sódio, citrato trisódio diidratado e hipoclorito de sódio	645
16.4.15- Solução estoque de amônia	646
16.4.15.1- Solução estoque de amônia (1000 mg NH ₃ -N /L)	646
16.4.15.2- Solução estoque de amônia (100 mg NH ₃ -N/L)	647
16.4.15.3- Solução estoque de amônia (1 mg NH ₃ -N/L)	647
16.4.16- Solução de cloreto de amônio (2,966 g.L ⁻¹)	648
16.4.17- Solução de ortotolidina 0,1%	648
16.4.18- Solução digestora método Kjeldahl	648
16.4.19- Reagente de digestão no processo de Nessler	649
16.4.20- Solução sulfato de mercúrio	649
16.4.21- Reagente de Nessler	649
16.4.22- Solução de hidróxido de sódio/tiosulfato de sódio	650
16.4.23- Solução alcoólica de fenoltaleína 1% ou 10 g/L	650
16.4.24- Aminoácido L-Lisina.HCl	650
16.4.25- Solução de tartarato de potássio-sódio 50% p/v	650
16.4.26- Solução indicadora DPD (N,N-diethy-p-phenylenediamine)	651
16.4.27- Solução para formação de cor com a sulfanilamida	652
16.4.27.1- Solução sulfanilamida 10 g.L ⁻¹	652
16.4.27.2- Solução de sulfanilamida 2,5 g.L ⁻¹	653
16.4.28- Solução de dicloreto de N-(1-naftil)-etilenodiamina	653
16.4.29- Solução de oxalato de sódio 0,025 M ou 0,05 N	653
16.4.30- Solução de permanganato de potássio	654
16.4.30.1- Solução de permanganato de potássio 0,05 N	654
16.4.30.2- Solução de permanganato de potássio 0,4 g.L ⁻¹ (0,395 g.L ⁻¹ = 0,0025 M)	654
16.4.31- Solução de sulfato ferroso amoniacal hexaidratado 0,05 N ou 0,05 M ou 19,61 g/L	655
16.4.32- Solução de sulfato manganoso hidratado 364 g.L ⁻¹	655
16.4.33- Solução padrão de nitrito	655
16.4.33.1- Solução estoque de padrão de nitrito (250 mg de NO ₂ ⁻ -N / L)	655
16.4.33.2- Solução intermediária de padrão de nitrito (1mL = 50 µg de NO ₂ ⁻ -N)	656

16.4.33.3- Solução padrão de nitrito (1mL = 0,500 μg de NO_2^- -N)	657
16.4.34- Padronização da solução padrão de nitrito utilizando como titulante o KMnO_4	657
16.4.34.1- Cálculos	658
16.4.35- Padronização da solução padrão de nitrito utilizando como titulante o sulfato ferroso amoniacal hexa-hidratado	659
16.4.36- Suspensão de hidróxido de alumínio	660
16.4.36.1- Suspensão de hidróxido de alumínio ($\cong 125$ g/L)	660
16.4.36.2- Creme de alumina	660
16.4.37- Ácido sulfúrico fumegante (15% SO_3 livre)	661
16.4.38- Solução sulfato de prata 4,397 g.L^{-1}	661
16.4.39- Solução de ácido fenildissulfônico	661
16.4.40- Solução-estoque de nitrato	662
16.4.40.1- Solução estoque de nitrato de KNO_3 100 mg NO_3^- -N.L ⁻¹	662
16.4.40.2- Solução estoque de nitrato de NaNO_3 100 mg NO_3^- -N.L ⁻¹	663
16.4.40.3- Solução estoque de nitrato de KNO_3 100 mg NO_3^- .L ⁻¹	663
16.4.40.4- Solução estoque de nitrato de NaNO_3 100 mg NO_3^- .L ⁻¹	664
16.4.40.5- Solução-padrão de KNO_3 0,2 mg NO_3^- -N.L ⁻¹ = 200 μg NO_3^- -N.L ⁻¹	664
16.4.40.6- Solução intermediária de KNO_3 10 mg NO_3^- -N.L ⁻¹ = 10.000 μg NO_3^- -N.L ⁻¹	665
16.4.41- Solução de permanganato de potássio 0,1N	665
16.4.42- Solução peróxido de hidrogênio	665
16.4.43- Solução tampão para determinação de nitrato	666
16.4.44- Solução de enchimento eletrodo íon-específico NO_3^-	666
17- Determinação de nitrogênio no solo	667
17.1- Material	672
17.2- Reagentes	673
17.3- Metodologia	674
17.3.1- Limpeza da vidraria para determinação de nitrato e amônio	674

17.3.2- Determinação de nitrato e amônio	675
17.3.2.1- Cálculos	677
17.3.3- Determinação de nitrato (Liga de Devarda) e amônio (método Kjeldahl)	680
17.3.3.1- Cálculos	683
17.3.3.1.1- Determinação do teor de NH_4^+ e NO_3^- com base no processo de titulação	683
17.3.3.1.2- Determinação da recuperação de nitrogênio da solução padrão de sulfato de amônia e nitrato de potássio preparada para teste de análise do processo de destilação	685
17.3.3.1.3- Determinação da amônia e nitrato da amostra	687
17.3.3.1.3.1- Cálculos	687
17.3.4- Determinação da umidade do solo	691
17.3.5- Determinação do nitrogênio total (orgânico mais amoniacal)	692
17.3.5.1- Cálculos	693
17.4- Preparo dos reagentes	695
17.4.1- Solução de ácido sulfúrico	695
17.4.1.1- Solução de ácido sulfúrico 0,02 N	695
17.4.1.2- Solução de ácido sulfúrico 0,01 N (0,005M)	695
17.4.1.3- Solução de ácido sulfúrico 0,5 M ($0,5 \text{ mol.L}^{-1} = 1 \text{ N}$)	695
17.4.1.4- Solução de ácido sulfúrico 0,005 N	696
17.4.2- Padronização solução de ácido sulfúrico 0,02 N	696
17.4.3- Solução de ácido clorídrico	696
17.4.3.1- Solução de ácido clorídrico $0,01 \text{ mol.L}^{-1}$	696
17.4.3.2- Solução de ácido clorídrico 0,02 N	697
17.4.3.3- Solução de ácido clorídrico 10% (m/v)	697
17.4.4- Padronização da solução de ácido clorídrico 0,02 N	698
17.4.5- Solução de cloreto de potássio	698
17.4.5.1- Solução de cloreto de potássio 1 M (mol.L^{-1}) ou 1 N	698
17.4.5.2- Solução de cloreto de potássio 2 M	698
17.4.6- Soluções de ácido bórico	699
17.4.6.1- Solução de ácido bórico 10 g.L^{-1} ($1\% \cong 0,162 \text{ M}$ ou $\cong 0,49 \text{ N}$)	699
17.4.6.2- Solução de ácido bórico 20 g.L^{-1} ($2\% \cong 0,32 \text{ M}$ ou $\cong 0,97 \text{ N}$)	699
17.4.7- Solução de verde de bromocresol 0,1%	699
17.4.8- Solução de vermelho de metila 0,1%	699

17.4.9- Solução em álcool de vermelho de metila e verde de bromocresol	700
17.4.9.1- Solução alcoólica do indicador misto bromocresol e vermelho de metila (APHA/AWWA/WEF, 2012)	700
17.4.9.2- Solução mista em álcool de vermelho de metila e verde de bromocresol (SILVA, ANDRADE, SIMEONE, AMARAL, et al., 2010)	700
17.4.9.3- Solução mista em álcool de vermelho de metila e verde de bromocresol (Adaptado SILVA, SANTOS, COSCIONE, VITI, et al., 2009; Adaptado SILVA, EIRA, VAN RAIJ, SILVA, et al., 1999)	701
17.4.9.4- Solução mista em álcool de vermelho de metila e verde de bromocresol (Adaptado CAMARGO, MONIZ, JORGE, VALADARES, 2009)	701
17.4.10- Solução padrão de sulfato de amônio (99% de pureza) 0,01% (m/v) e nitrato de potássio (99% de pureza) 0,01% (m/v)	702
17.4.11- Óxido de magnésio calcinado	702
17.4.12- Liga de Devarda	702
17.4.13- Solução padrão de sulfato de amônio (99% de pureza) e nitrato de potássio (99% de pureza)	703
17.4.13.1- Solução padrão de sulfato de amônio (99% de pureza) 0,1% (m/v) e nitrato de potássio (99% de pureza) 0,1% (m/v)	703
17.4.13.2- Solução padrão de sulfato de amônio (99% de pureza) 0,236 g.L ⁻¹ e nitrato de potássio (99% de pureza) 0,361 g.L ⁻¹	704
17.4.14- Mistura digestora (sulfato de potássio ou sulfato de sódio, sulfato de cobre e selênio)	706
18- Determinação de fósforo em meio aquoso	707
18.1- Materiais	716
18.2- Reagentes	717
18.3- Procedimento	718
18.3.1- Limpeza das vidrarias e membranas	718
18.3.2- Preparação da amostra	720
18.3.3- Digestão da amostra	720
18.3.3.1- Hidrólise ácida preliminar	720
18.3.3.2- Digestão com ácido perclórico	721
18.3.3.3- Digestão ácida da amostra – ácido sulfúrico e nítrico	723
18.3.3.4- Método de digestão com persulfato	724

18.3.4- Método colorimétrico do ácido vanadomolibdofosfórico	725
18.3.5- Determinação de fósforo total e ortofosfato (Método espectrofotométrico com cloreto estanoso)	727
18.3.5.1- Método para amostra sem interferentes	727
18.3.5.2- Método para amostra com interferentes e para aumentar a sensibilidade do método	728
18.3.5.3- Determinação fósforo total	729
18.3.5.3.1- Preparação da curva analítica	729
18.3.5.3.2- Procedimento analítico para determinação fósforo total	730
18.3.5.4- Determinação de fósforo existente na forma ortofosfato livre	731
18.3.5.4.1- Preparação da curva analítica	731
18.3.5.4.2- Procedimento analítico para determinação de ortofosfato livre	733
18.3.6- Determinação de fósforo solúvel e ortofosfato (método espectrofotométrico com ácido ascórbico)	734
18.3.6.1- Determinação de fósforo solúvel (método espectrofotométrico com ácido ascórbico)	734
18.3.6.2- Preparação da curva analítica	735
18.3.6.3- Determinação de fósforo total (método espectrofotométrico com ácido ascórbico)	735
18.4- Preparo dos reagentes	737
18.4.1- Solução Indicadora de fenolftaleína	737
18.4.1.1- Solução de fenolftaleína aquosa	737
18.4.1.2- Solução aquosa de fenolftaleína	737
18.4.1.3- Solução de fenolftaleína a 0,1% m/v	738
18.4.1.4- Solução de fenolftaleína a 1% m/v	738
18.4.1.5- Solução de fenolftaleína a 0,05% (m/v)	738
18.4.2- Solução de ácido sulfúrico	739
18.4.2.1- Solução de ácido sulfúrico 5N (sol. A)	739
18.4.2.2- Solução de ácido sulfúrico 10,8N (utilizado no método digestão com persulfato)	739
18.4.2.3- Solução de ácido sulfúrico e ácido nítrico (utilizado no método hidrólise preliminar ácida)	739
18.4.2.4- Solução de ácido sulfúrico alcoólica	740
18.4.2.5- Solução de ácido sulfúrico 4,5 mol.L ⁻¹	740

18.4.3- Solução de ácido clorídrico	740
18.4.3.1- Solução de ácido clorídrico 0,01M (0,01N)	740
18.4.3.2- Solução de ácido clorídrico 1:1 (v/v)	741
18.4.4- Solução de ácido nítrico a 20% (v/v)	741
18.4.5- Solução de hidróxido de sódio	741
18.4.5.1- Solução de hidróxido de sódio 1N (42 g/L ou 0,42% p/v)	741
18.4.5.2- Solução de hidróxido de sódio 6N (252 g/L)	742
18.4.5.3- Solução de hidróxido de sódio, NaOH (95%) 12 mol.L ⁻¹ ou 12N (479,996 g/L)	742
18.4.6- Solução de KOH	742
18.4.6.1- Solução de KOH alcoólico 10%	742
18.4.6.2- Solução de KOH 12 mol.L ⁻¹ (12N)	742
18.4.7- Solução de tartarato misto de antimônio e potássio hemihidratado 2,743 g/L (sol. B)	743
18.4.8- Solução de molibdato de amônio tetrahidratado	743
18.4.8.1- Solução de molibdato de amônio tetrahidratado 83,33333 g/L (Sol. A - Método colorimétrico ácido vanadomolibdato fosfórico)	743
18.4.8.2- Solução de molibdato de amônio tetrahidratado 40g/L (Sol. C - Método ácido ascórbico)	744
18.4.8.3- Solução de molibdato de amônio tetrahidratado em ácido sulfúrico (Reagente I - Método cloreto estanoso)	744
18.4.8.4- Solução de molibdato de amônio tetrahidratado (Reagente II - Método cloreto estanoso)	744
18.4.8.5- Solução de molibdato de amônio tetrahidratado 0,041 mol.L ⁻¹	745
18.4.9- Solução de metavanadato de amônio 4,1666 g.L ⁻¹ (Sol. B - Método colorimétrico ácido vanadomolibdato fosfórico)	745
18.4.10- Solução reagente vanadato-molibdato (Método colorimétrico ácido vanadomolibdato fosfórico)	745
18.4.11- Solução de ácido ascórbico 0,1M (1,76% - m/v) (Sol. D)	746
18.4.12- Solução desenvolvedora de cor do método espectrofotométrico com ácido ascórbico	746
18.4.13- Solução de benzeno e álcool isobutílico (isobutanol)	746

18.4.14- Solução cloreto estanoso diidratado	747
18.4.14.1- Solução cloreto estanoso diidratado 2,5% em glicerol (0,111 M) (Reagente I)	747
18.4.14.2- Solução diluída de cloreto estanoso diidratado em glicerol 0,4% (0,0088 M) (Reagente II)	747
18.4.15- Solução padrão estoque de fósforo	748
18.4.15.1- Solução padrão estoque de fósforo (KH_2PO_4 - 99%) ($50 \mu\text{g PO}_4^{3-}$ - P. mL^{-1})	748
18.4.15.2- Solução padrão estoque de fósforo (KH_2PO_4 - 99%) 500 mg P.L ⁻¹	749
18.4.15.3- Solução padrão intermediária de fósforo (KH_2PO_4 - 99%) 10 mg P.L ⁻¹	749
18.4.16- Solução persulfato de potássio 0,185 mol.L ⁻¹	750
19- Determinação de fósforo no solo	751
19.1- Determinação de fósforo por extração com solução de Mehlich 1	753
19.1.1- Materiais	753
19.1.2- Reagentes	754
19.1.3- Procedimento	754
19.1.3.1- Preparo da curva analítica	755
19.2- Preparo dos reagentes	756
19.2.1- Solução extratora duplo-ácida [HCl 0,05M (0,05N) + H_2SO_4 0,0125M (0,025N)]	756
19.2.1.1- Solução de ácido clorídrico 0,05M (0,05N)	756
19.2.1.2- Solução de ácido sulfúrico 0,0125M (0,025 N)	756
19.2.1.3- Preparar 10 L da solução extratora duplo-ácida [HCl 0,05M (0,05N) + H_2SO_4 0,0125M (0,025N)]	757
19.2.1.4- Preparar 1,0 L da solução extratora duplo-ácida [HCl 0,05M (0,05N) + H_2SO_4 0,0125M (0,025N)]	757
19.2.2- Solução ácida de molibdato de amônio	758
19.2.2.1- Solução ácida de molibdato de amônio (concentrada)	758
19.2.2.2- Solução ácida de molibdato de amônio (diluída)	758
19.2.3- Solução padrão de fósforo	759
19.2.3.1- Solução padrão de fósforo 25 mg.L ⁻¹ , 1000 mL	759
19.2.3.2- Solução padrão de fósforo de 1, 2, 3, 4 mg P. L ⁻¹ , 250 mL	759

20- Determinação de cloretos	760
20.1- Materiais	763
20.2- Reagentes	764
20.3- Procedimento	764
20.3.1- Método de MOHR (Método de argentometria)	764
20.3.2- Cálculos	767
20.3.3- Método potenciométrico	769
20.3.3.1- Procedimento	769
20.3.3.2- Cálculos	771
20.4- Preparo dos reagentes	772
20.4.1- Solução de nitrato de prata 0,0141 N ou 0,0141 M	772
20.4.2- Solução padrão de cloreto de sódio 0,0141 N ou 0,0141 M	772
20.4.3- Padronização de nitrato de prata 0,0141 N ou 0,0141M	772
20.4.4- Solução indicadora de cromato de potássio (0,2575 M)	773
20.4.5- Suspensão de hidróxido de alumínio	774
20.4.6- Solução de ácido sulfúrico	774
20.4.6.1- Solução de ácido sulfúrico 1 N	774
20.4.6.2- Solução de ácido sulfúrico 1:1	775
20.4.7- Solução de hidróxido de sódio 1 N	775
20.4.8- Solução indicadora fenolftaleína 1%	775
21- Determinação de sulfatos em meio aquoso	776
21.1- Material	778
21.2- Reagentes	779
21.3- Procedimento	780
21.3.1- Método gravimétrico com ignição do resíduo	780
21.3.2- Cálculos	782
21.3.2- Método turbidimétrico	783
21.4- Preparo dos reagentes	786
21.4.1- Solução de cloreto de bário diidratado 0,819 N	786
21.4.2- Solução indicadora vermelho de metila	787
21.4.3- Solução ácida de nitrato de prata	787
21.4.4- Solução gelatinosa de cloreto de bário	787
21.4.5- Solução condicionante	787
21.4.6- Solução tampão	788
21.4.6.1- Solução tampão A	788

21.4.6.2- Solução tampão B	788
21.4.7- Soluções padrões de sulfato	799
21.4.7.1- Solução padrão de sulfato preparada a partir da solução de ácido sulfúrico 0,02 N ($0,01 \text{ mol.L}^{-1}$) ($100 \text{ mg de SO}_4^{2-} \cdot \text{L}^{-1}$)	799
21.4.7.2- Solução padrão de sulfato preparada a partir do sulfato de sódio anidro ($100 \text{ mg de SO}_4^{2-} \cdot \text{L}^{-1}$)	790
21.4.8- Ácido clorídrico 1:1 (6 N ou 6 M)	791
22- Determinação de ferro em meio aquoso (ferro total, ferroso e férrico)	792
22.1- Material	794
22.2- Reagentes	794
22.3- Procedimento	795
22.3.1- Método fenantrolina para determinação de ferro (Compostos ferrosos e férricos)	795
22.4- Preparo dos reagentes	799
22.4.1- Solução de hidroxilamina	799
22.4.2- Solução tampão de acetato de amônio	799
22.4.3- Solução de fenantrolina	799
22.4.4- Solução estoque de ferro utilizando o sulfato ferroso de amônio	800
22.4.4.1- Solução estoque de ferro $200 \text{ mg de Fe.L}^{-1}$	800
22.4.4.2- Solução estoque de ferro $10 \text{ mg de Fe.L}^{-1}$	800
22.4.5- Ácido clorídrico 1:1 (6 N ou 6 M)	801
22.4.6- Preparo da solução 0,1N de permanganato de potássio	801
23- Determinação de manganês meio aquoso – método persulfato	802
23.1- Material	804
23.2- Reagentes	804
23.3- Procedimento	805
23.4- Preparo dos reagentes	807
23.4.1- Reagente especial	807
23.4.2- Solução padrão de permanganato de potássio (0,1N)	807
23.4.3- Solução de bissulfito de sódio 10%	810
24- Determinação de fluoreto	811
24.1- Material	814

24.2- Reagentes	815
24.3- Procedimento	815
24.3.1- Método SPADNS	815
24.3.2- Método visual da alizarina	816
24.4- Preparo dos reagentes	818
24.4.1- Soluções padrões de Fluoreto	818
24.4.1.1- Solução estoque de fluoreto 100 mg de F ⁻ . L ⁻¹ (100 µg.mL ⁻¹)	818
24.4.1.2- Solução estoque de fluoreto 10 mg de F ⁻ .L ⁻¹ (10 µg.mL ⁻¹)	819
24.4.2- Solução SPADNS	820
24.4.3- Solução reagente zircônio-ácido	820
24.4.4- Reagente ácido zircônico-SPANDS	820
24.4.5- Solução referência	820
24.4.6- Solução de arsenito de sódio 0,5% (p/v)	821
24.4.7- Reagente zircônio-alizarina	821
24.4.8- Solução ácida	821
24.4.9- Reagente ácido de zircônio – alizarina	822
25- Determinação de surfactante aniônico em meio aquoso (método azul de metileno)	823
25.1- Material	827
25.2- Reagentes	828
25.3- Procedimento	828
25.4- Preparo dos reagentes	831
25.4.1- Solução de hidróxido de sódio 1N (42 g/L ou 0,42% p/v)	831
25.4.2- Soluções de ácido sulfúrico	831
25.4.2.1- Solução de ácido sulfúrico 0,5M (0,5 mol.L ⁻¹ = 1N)	831
25.4.2.2- Solução de ácido sulfúrico 6N	831
25.4.3- Solução indicador de fenolftaleína 1%	831
25.4.4- Solução de limpeza	832
25.4.5- Solução de LAS	832
25.4.5.1- Solução estoque de LAS 0,1% (1000 mg LAS.L ⁻¹)	832
25.4.5.2- Solução padrão LAS 10 mg.mL ⁻¹	832
26- Determinação de óleos e graxas em meio aquoso	833
26.1- Material	834
26.2- Reagentes	835

26.3- Procedimento	835
26.4- Cálculo	836
26.5- Preparo dos reagentes	837
26.5.1- Solução de ácido sulfúrico 1:1	837
26.5.2- Solução de ácido clorídrico 1:1 (6 N ou 6 M)	837
26.5.3- Suspensão de sílica-diatomácea (10 g / L)	837
27- Teste do jarro (Jar Test)	838
27.1- Material	838
27.2- Reagentes	838
27.3- Procedimento	839
27.4- Cálculos	840
27.5- Preparo dos reagentes	841
27.5.1- Solução 2,5% de floculante	842
27.5.2- Solução 2,5% de carbonato de sódio	842
28- Determinação de cobre em meio aquoso	843
28.1- Material	844
28.2- Reagentes	844
28.3- Procedimento	845
28.4- Preparo dos reagentes	848
28.4.1- Solução de 2,9-dimetil-1,10-fenantrolina hemiidratada (reagente neocuproína)	848
28.4.2- Solução estoque de cobre (200 µg de Cu / mL)	848
28.4.3- Solução-padrão de cobre (20,0 µg de Cu/ mL)	849
28.4.4- Cloridrato de hidroxilamina	850
28.4.5- Solução de citrato de sódio diidratado	850
28.4.6- Solução de hidróxido de amônio 5 N	850
29- Determinação de cloro residual e da demanda de cloro	851
29.1- Material	852
29.2- Reagentes	852
29.3- Procedimento	853
29.3.1- Determinação de cloro residual qualitativamente	853
29.3.2- Determinação de cloro residual quantitativamente (método iodométrico)	853
29.3.2.1- Cálculos	854
29.3.2- Demanda de cloro de uma água	855
29.3.2.1- Procedimento	856
29.3.2.2- Cálculos	856

29.4- Preparo dos reagentes	857
29.4.1- Solução ortotolidina 0,1%	857
29.4.2- Soluções de tiosulfato de sódio	857
29.4.2.1- Solução tiosulfato de sódio 0,1 N (2,5 % p/v)	857
29.4.2.2- Solução tiosulfato de sódio 0,01 N por diluição da solução 0,1 N	858
29.4.2.3- Solução tiosulfato de sódio 0,01 N	858
29.4.2.4- Solução tiosulfato de sódio 0,025 M (0,025 N)	858
29.4.3- Solução goma de amido 0,5%	859
29.4.4- Solução de KI 10%	859
30- Análise do teor de matéria ativa de detergentes	860
30.1- Material	860
30.2- Reagentes	860
30.3- Procedimento	861
30.3.1- Análise de detergentes alcalinos	861
30.3.2- Análise de detergentes ácidos	863
30.4- Preparo dos reagentes	864
30.4.1- Solução estoque de hidróxido de sódio 0,2 N (8,4 g/L ou 0,84 % p/v)	864
30.4.2- Preparo da solução estoque de ácido sulfúrico 0,2 N	864
30.4.3- Solução indicadora de metilorange (alaranjado de metila) a 0,2%	865
30.4.4- Solução de vermelho de metila 0,1%	865
30.4.5- Solução de verde de bromocresol 0,2%	865
30.4.6- Solução alcoólica do indicador misto verde de bromocresol e vermelho de metila	865
30.4.7- Solução indicadora alcoólica de fenolftaleína 1%	865
31- Análise de teor de matéria ativa de sanificantes	866
31.1- Material	866
31.2- Reagentes	866
31.3- Procedimento	867
31.3.1- Dosagem dos produtos clorados	867
31.3.1.1- Solução de hipoclorito de sódio (princípio ativo da água sanitária)	867
31.3.1.1.1- Cálculos	867
31.3.1.2- Dosagem do cloro ativo de produtos sólidos (Dicloroisocianurato de sódio e/ou hipoclorito de cálcio)	868
31.3.2- Dosagem dos produtos a base de iodo	870
31.3.2.1- Cálculos	870
31.3.3- Dosagem dos produtos a base de ácido peracético	871

31.3.3.1- Cálculos	872
31.3.3.2- Determinação da percentagem (%) de água oxigenada	872
31.3.3.3- Determinação da percentagem (%) de ácido peracético	874
31.3.4- Preparo dos reagentes	875
31.3.4.1- Solução goma de amido 0,5%	875
31.3.4.2- Solução de KI 10%	875
31.3.4.3- Solução tiosulfato de sódio 0,1 N (2,482 % p/v)	876
31.3.4.4- Solução ácido sulfúrico (1+3)	876
31.3.4.5- Solução de permanganato de potássio N/2 (0,5 N) (ou 16 g de KMnO_4 / 1000 mL)	876
32- Método de determinação de sílica solúvel	878
32.1- Material	879
32.2- Reagentes	879
32.3- Procedimento	880
32.3.1- Método Molibdosilicato	880
32.3.1.1- Reações químicas	882
32.4- Método Gravimétrico	883
32.4.1- Procedimento	883
32.5- Preparo dos reagentes	884
32.5.1 Ácido clorídrico 50%	884
32.5.2- Solução de bórax 1%	884
32.5.3- Solução de molibdato de amônio 10%	884
32.5.4- Solução de hidróxido de sódio 6 N	885
32.5.5- Solução de ácido oxálico 7,5%	885
32.5.6- Solução de cromato de potássio 0,63%	885
32.5.7- Solução estoque de sílica	885
32.5.8- Solução padrão intermediária de sílica	886
32.5.9- Soluções padrões de sílica	886
32.5.10- Solução de ácido sulfúrico 1 N	886
33- Avaliação da qualidade microbiológica de água	887
Bibliografia	957