

MINEROPAR/TECPAR
MANUAL DE PROCESSAMENTO DE AMOSTRAS

MINEROPAR

Minerais do Paraná S.A.

MF
550.4
M 664

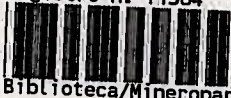
MINEROPAR/TECPAR S.A.
MINEROPAR
BIBLIOTECA

MANUAL DE PROCESSAMENTO DE AMOSTRAS

MINEROPAR/TECPAR

MF
550.4
M 664

Registro n. f1364



Biblioteca/Mineropar

MINEROPAR
Minerais do Paraná S. A.
BIBLIOTÉCA
REG. 1364 DATA 09/10/89

I N T R O D U Ç Ã O

O presente Manual tem por finalidade estabelecer parâmetros a serem seguidos no processamento de amostras enviadas pela MINEROPAR ao TECPAR. Estes parâmetros visam dar a certeza de execução e, principalmente, da padronização de métodos recomendados e/ou aceitos pela MINEROPAR e adotados pelo TECPAR.

1. CONSIDERAÇÕES GERAIS

- 1.1. As amostras, identificadas, são encaminhadas ao TECPAR acompanhadas de três (3) cópias da Ficha de Pedidos de Análise e Controle de Amostras, sendo que uma quarta fica em poder da MINEROPAR como controle. Das três que acompanham as amostras, uma é assinada e datada, após ter sido conferida a remessa por pessoa responsável, e devolvida à MINEROPAR, valendo como recibo das amostras entregues. As outras duas vias acompanham as amostras nas fases de preparação, ataque e análise e os resultados obtidos são nelas transcritos; uma permanece em poder do TECPAR e outra, necessariamente datilografada e assinada pelo técnico responsável, é encaminhada à MINEROPAR como laudo analítico.
- 1.2. A identificação da amostra é feita de acordo com o código alfanumérico a ela designado pelo seu coletor. Todos os recipientes ou embalagens usados durante o processamento das amostras devem trazer este código, tomando-se as mais estritas precauções para evitar trocas ou confusões.
- 1.3. Para controle das operações envolvidas no processamento analítico das amostras, deve-se proceder, regularmente, às verificações (cheques) de resultados pela repetição de 10% das dosagens. É considerada aceitável uma precisão de 10% nos métodos que envolvem espectrometria de absorção atômica, de 5% nos métodos por via úmida e 20% nos colorimétricos.
- 1.4. Amostras cujo teor do elemento de interesse ultrapasse distintamente a média dos teores daquela remessa, devem ter suas aberturas e dosagens repetidas.
- 1.5. De cada 10 amostras analisadas pelo TECPAR, duas terão uma fração preparada enviada a outro laboratório - Puriquima ou Geosol - para verificação dos resultados obtidos, considerando-se aceitável uma variação relativa de 20% entre os teores declarados por um e outro laboratório.
- 1.6. Amostras nas quais se queira a dosagem de um ou mais elementos que não sejam analisados no TECPAR - por falta de apare

lhagem, inexistência ou falta de sensibilidade de métodos analíticos - serão enviadas a outro laboratório. Havendo a capacitação do TECPAR estas amostras poderão vir a ser analisadas em suas instalações.

- 1.7. Devem ser armazenadas uma fração da amostra bruta e outra da amostra preparada, esta última em vidros de tamanho adequado.

2. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

2.1. As principais operações na fase de preparação de amostras são:

2.1.1. Secagem - tem por finalidade evitar que as amostras adiram ao quarteador ou à peneira em operações posteriores;

2.1.2. Britagem - diminuição do tamanho de rochas de modo a permitir o quarteamento e pulverização;

2.1.3. Quarteação - feita para reduzir o volume da amostra, sem que esta perca sua representatividade, antes do peneiramento ou pulverização;

2.1.4. Pulverização - redução de material a textura extremamente fina;

2.1.5. Peneiramento - homogeneização da amostra a uma granulometria determinada.

2.2. Para efeito de preparação, as amostras de material geológico se classificam em três grupos, havendo, para cada um, procedimento específico a ser observado:

2.2.1. Sedimentos de corrente e solos

As amostras são retiradas de sua embalagem e levadas à secagem em recipientes adequados; segue-se o quarteamento, o peneiramento e a embalagem em vidros tampados.

2.2.2. Rochas e testemunhos de sondagem

Após uma eventual secagem, as amostras são britadas, quarteadas, pulverizadas e embaladas em vidros com tampas.

2.2.3. Concentrados de bateia

Toda a amostra é retirada da embalagem, que é, inclusive, lavada, para que não reste material em seu interior. Segue-se a secagem. Como geralmente a quantidade de material é pequena, todo ele é pulverizado; caso haja uma amostra maior, o quarteamento precede a pulverização. As amostras são embaladas em vidros com tampas.

3. ABERTURA DE AMOSTRAS COM ÁCIDO NÍTRICO CONCENTRADO A QUENTE

Em esquema de geoquímica, para a detecção de níveis anômalos de Cu, Pb, Zn, Ni, Co, Fe, Mn, usa-se a metodologia recomendada pelo United States Geological Survey.

3.1. Procedimento Geral

Pesar uma grama de amostra, colocar em tubo de ensaio (15X150mm) e acrescentar 5 ml de ácido nítrico concentrado. Marcar o nível do líquido no tubo, agitá-lo e colocá-lo numa perfuração de um bloco de alumínio encaixado sobre uma chapa de aquecimento.

Levar à ebulição suave na temperatura padronizada (reostato na marca de 125°C) por aproximadamente duas horas ou até que tenha cessado a formação de vapores nitrosos. Deixar esfriar, completar o volume com ácido nítrico concentrado até a marca feita no tubo, agitá-lo e acrescentar 5 ml de água deionizada. Deixar decantar por 24 horas.

3.1.1. Obtenção de Resultados

O espectrômetro de absorção atômica deve ter seus parâmetros de trabalho para cada elemento ajustados de acordo com as instruções do seu Manual de Operações.

O espectrômetro deve ser zerado com solução de ácido nítrico 1:1. O líquido sobrenadante nos tubos de ensaio que contém as amostras é atomizado na chama do aparelho e a concentração obtida em solução é transformada em concentração do elemento na amostra do seguinte modo:

$$\text{Concentração na amostra (ppm)} = \text{leitura obtida} \times 10$$

A calibração do aparelho é feita de maneira que os resultados sejam expressos em ppm; para transformá-los em %, basta dividi-los por 10.000.

$$\text{Concentração em \%} = \frac{\text{concentração em ppm}}{10.000}$$

3.1.2. Soluções-padrão para calibragem do aparelho

As soluções-padrão de concentração apropriada são obtidas a partir de soluções-estoque (geralmente de 1.000ppm) pela diluição conveniente de alíquotas em ácido nítrico 1:1.

3.2. Procedimento específico para Chumbo - Pb

3.2.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 217,0 nm

Filtro - II

Fenda - 0,3 mm

Intensidade de corrente - 15 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.2.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 5 a 20 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,1 ppm.

3.2.3. Ataque de amostra - ver item 3.1.

3.2.4. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.2.5. Solução-estoque de Pb de 1.000 ppm: dissolver 1,598 g de nitrato de chumbo em 1.000 ml de ácido nítrico 1:1.

3.3. Procedimento específico para Cobre - Cu

3.3.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 324,8 nm

Filtro - II

Fenda - 0,2 mm

Intensidade de corrente - 7mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.3.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 2 a 8 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,1 ppm.

3.3.3. Solução-estoque de Cu de 1.000 ppm: dissolver 1.000 g de cobre metálico 99,99% puro em 5 ml de HNO₃ concentrado, levando o volume a 1.000 ml com ácido nítrico 1:1.

3.3.4. Ataque de amostra - ver item 3.1.

3.3.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.4. Procedimento específico para Cobalto - Co

3.4.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 240,7 nm

Filtro - I

Fenda - 0,04 mm

Intensidade de corrente - 25 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.4.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 3 a 12 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,1 ppm.

3.4.3. Solução de Co de 1.000 ppm: dissolver 4,037 g de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em 1.000 ml de ácido nítrico 1:1.

3.4.4. Ataque de amostra - ver item 3.1.

3.4.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.5. Procedimento específico para Níquel - Ni

3.5.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 232,0 nm

Filtro - I

Fenda - 0,08 mm

Intensidade de corrente - 15 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.5.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 3 a 12 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,1 ppm.

3.5.3. Solução-estoque de Ni de 1.000 ppm: dissolver 1.000 g de Ni metálico 99,99% puro em 5 ml de HNO_3 concentrado e levar o volume a 1.000 ml com ácido nítrico 1:1.

3.5.4. Ataque de amostra - ver item 3.1.

3.5.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.



3.6. Procedimento específico para Zinco - Zn

3.6.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 213,9 nm

Filtro - I

Fenda - 0,1 mm

Intensidade de corrente - 10 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.6.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 0,5 a 2 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,01 ppm.

3.6.3. Solução-estoque de Zn de 1.000 ppm: dissolver 1.000 g de zinco metálico em 1.000 ml de ácido nítrico 1:1.

3.6.4. Abertura da amostra - ver item 3.1.

3.6.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.7. Procedimento específico para Ferro - Fe (baixas concentrações)

3.7.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 248,3 nm

Filtro - I

Abertura - 0,08 mm

Intensidade de corrente - 20 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.7.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 2,5 a 10 ppm, limite mínimo de detecção de 0,1 ppm.

3.7.3. Solução-estoque de Fe de 5.000 ppm: dissolver 5,000 g de Fe metálico 99,9% puro em 30 ml de ácido clorídrico concentrado e levar o volume a 1.000 ml com HNO_3 1:1.

3.7.4. Abertura da amostra - ver item 3.1.

3.7.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.8. Procedimento específico para Ferro - Fe (altas concentrações)

3.8.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 392,8 nm

Filtro - III

Fenda - 0,1 mm

Intensidade de corrente - 20 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.8.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 800 a 3.200 ppm.

3.8.3. Solução-estoque de Fe de 5.000 ppm: ver procedimento específico para baixas concentrações - item 3.7.3.

3.8.4. Abertura da amostra - ver item 3.1.

3.8.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.9. Procedimento específico para Manganês - Mn (baixas concentrações)

3.9.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 279,5 nm

Filtro - II

Fenda - 0,08 mm

Intensidade de corrente - 15 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.9.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 1 a 4 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,05 ppm.

3.9.3. Solução-estoque de Mn de 1.000 ppm: dissolver 3,602 g de $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ em 1.000 ml de HNO_3 1:1.

3.9.4. Abertura da amostra - ver item 3.1.

3.9.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.10. Procedimento específico para Manganês - Mn (altas concentrações)

3.10.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 403,1 nm

Filtro - II

Fenda - 0,05 mm

Intensidade de corrente - 15 mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

3.10.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 15 a 60 ppm.

3.10.3. Solução-estoque de Mn de 1.000 ppm: ver procedimento específico para baixas concentrações - item 3.9.3.

3.10.4. Abertura da amostra - ver item 3.1.

3.10.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

3.11. Procedimento específico para Cromo - Cr

3.11.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 357,9 nm

Filtro - II

Fenda - 0,04 mm

Intensidade de corrente - 20 mA

Combustível - acetileno

Comburente - Óxido nitroso

Queimador - universal

3.11.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 2 a 8 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,1 ppm.

3.11.3. Solução-estoque de Cr de 1.000 ppm: dissolver 2,829 g de $K_2Cr_2O_7$ em água e levar o volume a 1.000 ml.

3.11.4. Abertura da amostra - ver item 3.1.

3.11.5. Obtenção de resultados - ver item 3.1.1.

4. PROCEDIMENTO GERAL DE ABERTURA DE AMOSTRAS POR FUSÃO COM CARBONATO DE SÓDIO PARA DOSAGEM DE CaO, MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃

Pesar 1 g de material em cadinho de platina e fundir com Na₂CO₃. Deixar esfriar o cadinho, transferí-lo para um copo de becher e adicionar água e ácido clorídrico para que haja desagregação do material. Cobrir o copo com vidro de relógio e esperar que o ataque se complete. Retirar o cadinho do becher e lavá-lo com água quente. Passar o conteúdo do copo para uma cápsula de porcelana e levar à secura para insolubilizar a sílica. Dissolver o resíduo com água e ácido clorídrico a quente, filtrar para balão de 500 ml de papel faixa preta. O resíduo no papel de filtro contém o material para determinação da sílica (SiO₂) e o filtrado, os demais elementos.

4.1. Procedimento específico para determinação de Cálcio por titulação com EDTA

Tomar uma alíquota de volume determinado de solução-mãe obtida segundo o procedimento geral (item 4) e colocar em um erlenmeyer. Adicionar de 200 a 300 ml de água deionizada e 5ml de trietanolamina. Com uma solução concentrada de NaOH ajustar o pH entre 12 e 13. Usando calconcarboxila como indicador, fazer a titulação com EDTA 0,1 M.

4.1.1. Obtenção do resultado

O peso de cálcio na amostra é dado pela fórmula abaixo:

$$\text{peso de Ca(mg)} = \text{gasto de EDTA(ml)} \times 4,008 \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{alíquota (ml)}}$$

O resultado em % de CaO na amostra é dado da seguinte maneira:

$$\% \text{ CaO} = \text{gasto de EDTA(ml)} \times 560 \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{alíquota (ml)} \times \text{peso da amostra(mg)}}$$

4.2. Procedimento específico para determinação de Magnésio por titulação com EDTA

Tomar uma alíquota de volume determinado da solução-mãe obtida segundo o procedimento geral (item 4) e colocar em um frasco erlenmeyer. Adicionar de 200 a 300 ml de água deionizada e ajustar o pH para 10 com NH_4OH . Adicionar pastilhas-tampão como indicador e titular com EDTA 0,1 M. Titula-se, assim, o cálcio e o magnésio; o gasto de EDTA com o magnésio é obtido por diferença com o gasto do cálcio, já titulado:

$$\text{gasto de EDTA para Mg (ml)} = \text{gasto de EDTA na titulação (ml)} - \text{gasto de EDTA para Ca (ml)}$$

4.2.1. Obtenção do resultado

O peso do Magnésio na amostra é dado pela fórmula abaixo:

$$\text{peso de Mg (mg)} = \text{gasto EDTA para Mg (ml)} \times 2,431 \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{alíquota (ml)}}$$

O resultado em % de MgO na amostra é dado da seguinte maneira:

$$\% \text{ MgO} = \text{gasto EDTA p/Mg (ml)} \times 403,2 \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{alíquota (ml)} \times \text{peso da amostra (mg)}}$$

4.3. Procedimento específico para determinação de Ferro por titulação com EDTA

Tomar uma alíquota de volume determinado da solução-mãe obtida segundo o procedimento geral (item 4) e colocar em frasco erlenmeyer. Adicionar algumas gotas de ácido nítrico para oxidar o ferro, a quente. Esfriar e adicionar aproximadamente 250ml de água deionizada. Ajustar o pH para 2,5 com solução concentrada de NaOH.

Titular com EDTA 0,1M, usando ácido sulfossalicílico como indicador

4.3.1. Obtenção do resultado

O peso de Fe na amostra é dado pela fórmula abaixo:

$$\text{peso de Fe(mg)} = \text{gasto de EDTA(ml)} \times 5,585 \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{aliquota (ml)}}$$

O resultado em % de Fe_2O_3 na amostra é dado da seguinte maneira:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \text{gasto de EDTA(ml)} \times 800 \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{aliquota(ml)} \times \text{peso da amostra(mg)}}$$

4.4. Procedimento específico para determinação de Alumínio por titulação com EDTA

Completar a dosagem de ferro na alíquota retirada da solução-mãe (obtida segundo o procedimento geral, - item 4) e acrescentar ao mesmo frasco volume conhecido de EDTA (10 ml costumam ser suficientes).

Aquecer sem deixar ferver, esfriar, adicionar uma gota de metil-orange, ajustar o pH para 6 com hexametilenotetramina e titular o excesso de EDTA com solução 0,1M de $ZnSO_4$, usando xilenol-orange como indicador.

$$\text{excesso de EDTA(ml)} = \text{volume EDTA adicionado à amostra(ml)} - \text{gasto de ZnSO}_4(\text{ml})$$

4.4.1. Obtenção do resultado

O peso do alumínio na amostra é dado pela fórmula abaixo:

$$\text{peso de Al(mg)} = \text{excesso de EDTA(ml)} \times 2,698 \times \frac{\text{volume do balão(ml)}}{\text{alíquota(ml)}}$$

O resultado em % de Al_2O_3 é dado da seguinte maneira:

$$\% Al_2O_3 = \text{excesso de EDTA(ml)} \times 509,8 \times \frac{\text{volume do balão(ml)}}{\text{alíquota(ml)} \times \text{peso da amostra(mg)}}$$

5. PROCEDIMENTO ESPECÍFICO PARA DETERMINAÇÃO DE SÍLICA - SiO₂

Atacar o material no qual se quer fazer a determinação segundo o procedimento geral (item 4) e tomar o resíduo do papel-filtro. Este é passado para um cadinho de platina e calcinado a 950-1000°C. Deixar esfriar em dessecador e pesar.

5.1. Obtenção do resultado

Tomar o peso do cadinho vazio e diminuir-lo do peso do cadinho calcinado; o resultado multiplicado por cem e dividido pelo peso da amostra nos dá o teor de SiO₂ em porcentagem:

$$\text{teor de SiO}_2 (\%) = \frac{\text{cadinho calcinado} - \text{cadinho vazio} \times 100}{\text{peso da amostra}}$$

6. PROCEDIMENTO PARA DETERMINAÇÃO DE PERDA AO RUBRO

Pesar 1 g do material a analisar em cadinho de porcelana e cal-
cinar a 1000°C durante 2 horas.

Esfriar em dessecador e pesar.

Para o cálculo da perda ao rubro usam-se os pesos do cadinho
com material e do cadinho com material calcinado:

$$6.1. \% \text{ Perda ao Rubro} = (\text{cadinho com material} - \text{cadinho com material cal-} \\ \text{cinado}) \times 100$$

7. PROCEDIMENTO GERAL DE ABERTURA DE AMOSTRAS POR ÁCIDO FLUORÍDRICO PARA DOSAGEM DE Na₂O, K₂O, MnO e TiO₂

Pesar 1 g de material em cadinho de platina. Umedecer levemente a amostra com água, adicionar três gotas de H₂SO₄ e juntar HF até pouco mais da metade do cadinho.

Levar à secura em banho de areia. Passar o cadinho para um copo de becher com água e levar à fervura. Tirar do copo, lavá-lo com água quente e filtrar o conteúdo do copo em papel faixa preta, recebendo o filtrado em balão de 500ml. Deixar esfriar e antes de completar o volume acrescentar aproximadamente 1 ml de HCl ao balão.

7.1. Procedimento Geral para Obtenção de Resultados

O espectrômetro tem seus parâmetros ajustados, para cada elemento, de acordo com o seu Manual de Operações.

O instrumento deve ser zerado com água deionizada.

O líquido dos balões deve ser atomizado na chama do espectrômetro e o valor obtido é transformado em concentração de ppm na solução pela tabela adequada.

A concentração na amostra é obtida do seguinte modo:

$$\text{concentração na amostra(ppm)} = \text{concentração na solução} \times \frac{\text{peso da amostra}}{\text{volume do balão}}$$

O resultado em ppm pode ser transformado em porcentagem dividindo-o por 10.000:

$$\% = \frac{\text{ppm}}{10.000}$$

7.2. Procedimento específico para Sódio - Na

7.2.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3
Determinação feita por emissão ótica
Comprimento de onda - 589, nm

Filtro - III

Fenda - 0,08 mm

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

7.2.2. Abertura de amostra - ver item 7

7.2.3. Obtenção de resultados:

Para transformar o resultado do teor de Na para o Teor em NaO, usa-se a fórmula abaixo:

$$\text{teor de Na}_2\text{O} = \text{teor de Na} \times 1,3479$$

7.3. Procedimento específico para Potássio - K

7.3.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Determinação feita por emissão ótica

Comprimento de onda - 766,5nm

Filtro - IIII

Fenda - 0,2mm

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

7.3.2. Abertura de amostra - ver item 7

7.3.3. Obtenção de resultados:

Para transformar o resultado do teor de K para o teor de K_2O , usa-se a fórmula abaixo:

$$\text{teor de } K_2O = \text{teor de K} \times 1,2046$$

7.3.4. Solução-estoque de Na de 1000 ppm:

Dissolver 1,907 g de KCl seco em 1000ml de água deionizada.

7.4. Procedimento específico para Manganês - Mn

7.4.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD₃

Comprimento de onda - 279,5 nm

Filtro - II

Fenda - 0,08 mm

Intensidade de corrente - 15mA

Combustível - acetileno

Comburente - ar

Queimador - universal

7.4.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima: de 1 a 4 ppm, com limite de detecção mínimo de 0,05 ppm.

7.4.3. Abertura da amostra - ver item 7

7.4.4. Obtenção de resultados:

Aspirar a solução-mãe obtida segundo o procedimento geral e fazer a leitura do teor em solução. O teor de Mn na amostra é dado da seguinte maneira:

$$\text{teor de Mn(ppm)} = \text{leitura do espectrômetro(ppm)} \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{peso amostra (g)}}$$

O teor de MnO é dado multiplicando o teor de Mn por 1,2910:

$$\text{teor de MnO} = \text{teor de Mn} \times 1,2910$$

Para transformar os valores em ppm para porcentagem, basta dividi-los por 10.000:

$$\text{teor em \%} = \frac{\text{teor em ppm}}{10.000}$$

7.4.5. Solução-estoque de Mn de 1000 ppm:

Dissolver 3,602 g de $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ em 1000 ml de água.

7.5. Procedimento específico para Titânio - Ti

7.5.1. Condições de operação do espectrômetro Zeiss, modelo FMD 3

Comprimento de onda - 364,3 nm

Filtro - II

Fenda 0,06 mm

Intensidade de corrente - 25 mA

Combustível - acetileno

Comburente - Óxido nitroso

Queimador - universal

7.5.2. Intervalo ótimo de trabalho para os parâmetros acima:

de 60 a 240 ppm, com limite de detecção mínimo de 1,5 ppm.

7.5.3. Abertura de amostra - ver item 7

7.5.4. Obtenção de resultados:

Aspirar a solução-mãe obtida segundo o procedimento geral e fazer a leitura do teor em solução.

O teor de Ti na amostra é dado da seguinte maneira:

$$\text{teor de Ti(ppm)} = \text{leitura do espectrômetro(ppm)} \times \frac{\text{volume do balão (ml)}}{\text{peso amostra (g)}}$$

O resultado de TiO_2 é dado multiplicando o teor de Ti por 1,6614:

$$\text{teor de TiO}_2 = \text{teor de Ti} \times 1,6614$$

Para transformar os valores em ppm para porcentagem, basta dividi-los por 10.000:

$$\text{teor em \%} = \frac{\text{teor em ppm}}{10.000}$$

7.5.5. Solução-estoque de Ti de 1000 ppm:

Dissolver 1,000 g de Ti metálico 99,99% puro em HCl concentrado, com aquecimento suave e adição gota a gota, de 20 ml de ácido nítrico; deixar a reação ceder antes de cada adição. Completar o volume para 1000 ml.

8. PROCEDIMENTO PARA DOSAGEM COLORIMÉTRICA DE FÓSFORO - P

Pesar 1 g de amostra, colocar em tubo de ensaio e atacar com 5 ml de ácido nítrico concentrado, a quente, até que cesse a formação de vapores nitrosos; deixar esfriar e acrescentar 3ml de ácido perclórico e levar próximo à secura. Repetir o ataque com ácido nítrico e perclórico até que a solução esteja descolorada, o que indica que o ataque se completou. Deixar esfriar e acrescentar água deionizada, filtrar e receber em balão de 250 ml, completando, então, o volume.

Da solução-mãe retirar uma alíquota de 25 ml e colocar em balão de 250 ml. Adicionar 9 ml de solução sulfomolibdica e 1 ml de solução de ácido ascórbico, completando o volume com água deionizada.

Fazer a leitura em espectrômetro, em 650 μm , e com auxílio de uma curva "absorção x concentração", feita com padrões contendo de 0,1 a 0,5 mg de fósforo em 250 ml, obter o teor de fósforo.

Na preparação dos padrões e dos brancos usam-se os mesmos reativos, nas mesmas quantidades, usados na preparação das soluções-problema.

Caso as soluções-problema tenham um teor muito elevado de P, no vas diluições podem ser necessárias, para que haja um ajuste à curva construída.

- 8.1. O resultado obtido por este método é do teor de P;
O teor em P_2O_5 é obtido segundo a fórmula abaixo:

$$\text{teor de } \text{P}_2\text{O}_5 = \text{teor em P} \times 2,2903$$

- 8.2. Solução sulfomolibdica:

Solução A - 2 g de subcarbonato de bismuto, 300 ml de água deionizada e 150 ml de ácido sulfúrico.

Solução B - 20 g de molibdato de amônio, 300 ml de água.

Juntar as soluções A e B e completar o volume para 1000 ml.

- 8.3. Solução de ácido ascórbico:

Dissolver 5 g de ácido ascórbico em 100 ml de água.

