	Documento: Método Específico de Controle de Qualidade Elaborado em 26/08/2013		Nº de Revisão: 00
			Data da Revisão: N.A
Setor: Controle de Qualidade	Departamento: Técnico	Código: POPM-33-AMTAN-CQ-B	Página: 01 de 02

ENSAIO LIMITE PARA CLORETOS

5.2.3. Cloretos:

5.2.3.1. Determinar em 1,2g da amostra. Proceder conforme *Ensaio limite para cloretos*. No máximo 0,03% (300 ppm).

Preparação amostra: transferir a quantidade de amostra especificada na monografia, ou indicada na **Tabela 1**, ou calculada, para um tubo de Nessler (capacidade de 50 mL e 22 mm de diâmetro interno), adicionando um volume de 30 a 40 mL de água destilada. Caso seja utilizada uma solução da amostra, transferir o volume da solução especificado na monografia, ou calculado, para o tubo de Nessler e completar o volume para 30 a 40 mL com água destilada. Neutralizar, se necessário, com ácido nítrico SR. Deve-se empregar uma quantidade de amostra que possibilite o uso de volume maior do que 0,2 mL de ácido clorídrico padrão. Fixando-se o volume de solução padrão em 1 mL pode calcular-se m (massa em grama da amostra) pela fórmula:

$$m = \frac{354,6}{l}$$

Sendo l o limite de cloreto em ppm na matéria-prima.

Preparação padrão: transferir o volume de ácido clorídrico padrão (HCl 0,01 M SV), indicado na monografia, ou na **Tabela 1**, ou calculado, para um tubo de Nessler e adicionar um volume de 30 a 40 mL de água destilada.

Procedimento: aos tubos de Nessler contendo a preparação padrão e a preparação amostra, adicionar 1 mL de ácido nítrico SR. Se, após a acidificação, a preparação não estiver perfeitamente límpida, filtrar através de papel de filtro isento de cloreto, transferir o filtrado para o tubo de Nessler e adicionar 1 mL de nitrato de prata SR. Completar o volume para 50 mL com água destilada e homogeneizar. Deixar em repouso, ao abrigo da luz, durante 5 minutos. A turbidez da preparação amostra não deve ser superior à da padrão.


	Documento: Método Específico de Controle de Qualidade Elaborado em 26/08/2013		Nº de Revisão: 00
			Data da Revisão: N.A
Setor: Controle de Qualidade	Departamento: Técnico	Código: POPM-33-AMTAN-CQ-B	Página: 02 de 02

Tabela 1 – Limites de impureza cloreto e quantidades correspondentes da matéria-prima para se realizar o ensaio considerando a utilização constante de 1,0 mL da solução padrão que contém $3,546 \times 10^{-4}$ g de cloreto.

<i>Quantidade de amostra (g)</i>	<i>Limite de cloreto (ppm)</i>	<i>Quantidade de amostra (g)</i>	<i>Limite de cloreto (ppm)</i>
0, 10	3546 (= 0, 355%)	3, 8	93
0, 15	2364 (= 0, 236%)	4, 0	88
0, 20	1773 (= 0, 180%)	4, 2	84
0, 25	1418 (= 0, 142%)	4, 4	80
0, 30	1182 (= 0, 120%)	4, 6	77
0, 35	1013 (= 0, 100%)	4, 8	74
0, 40	886	5, 0	71
0, 45	788	5, 2	68
0, 50	709	5, 4	65
0, 55	645	5, 6	63
0, 60	591	5, 8	61
0, 65	545	6, 0	59
0, 70	506	6, 2	57
0, 75	473	6, 4	55
0, 80	443	6, 6	53
0, 85	417	6, 8	52
0, 90	394	7, 0	50
0, 95	373	7, 2	49
1, 00	354	7, 4	48
1, 2	295	7, 6	46
1, 4	253	7, 8	45
1, 6	221	8, 0	44
1, 8	197	8, 2	43
2, 0	177	8, 4	42
2, 2	161	8, 6	41
2, 4	148	8, 8	40
2, 6	136	9, 0	39
2, 8	126	9, 2	38
3, 0	118	9, 4	37
3, 2	111	9, 6	37
3, 4	104	9, 8	36
3, 6	98	10, 0	35