	Documento: Método Específico de Controle de Qualidade Anexo B Elaborado em 17/02/2012		N° de Revisão: 01
			Data da Revisão: 15/02/2013
Setor: Controle de Qualidade	Departamento: Técnico	Código: POPM-33-EMTAN-CQ-B	Página: 01 de 02

ENSAIO LIMITE PARA SULFATOS

5.2.5. Sulfatos:

Determinar em 2,7 g da amostra. Proceder conforme descrito em *Ensaio limite para sulfatos*.

No máximo 0,045% (450ppm).

5.2.5.2. Preparação amostra: transferir a quantidade da amostra especificada na monografia, ou indicada na **Tabela 2**, ou calculada, para um tubo de Nessler (capacidade de 50 mL e 22 mm de diâmetro interno), adicionando 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. Se necessário, neutralizar com ácido clorídrico SR. Pode-se, eventualmente, utilizar ácido acético. Se a preparação não estiver perfeitamente límpida, filtrar através de papel de filtro isento de sulfato. Transferir o filtrado para tubo de Nessler. Deve-se empregar uma quantidade de amostra que possibilite o uso de volume maior do que 0,2 mL de solução de ácido sulfúrico padrão. Fixando-se o volume de solução padrão em 2,5 mL pode calcular-se m (massa em grama da amostra) pela fórmula:

$$m = \frac{1200,8}{l}$$


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

5.2.5.3. Preparação padrão: transferir o volume de ácido sulfúrico padrão (H₂SO₄ 0,005 M SV) indicado na monografia, ou indicado na **Tabela 1**, ou calculado, para um tubo de Nessler e adicionar um volume de 30 a 40 mL de água destilada.

5.2.5.4. Procedimento: aos tubos de Nessler contendo a preparação padrão e a preparação amostra, adicionar 1 mL de ácido clorídrico 3 M e 3 mL de cloreto de bário SR. Completar o volume para 50 mL com água destilada. Homogeneizar. Deixar em repouso por cerca de 10 minutos. A turbidez da preparação amostra não deve ser superior à da padrão.

Tabela 1 – Limites de impureza sulfato e quantidades correspondentes da matéria-prima para se realizar o ensaio considerando a utilização constante de 2,5 mL da solução padrão que contém 1,2008 x 10⁻³ g de sulfato.

<i>Quantidade de amostra (g)</i>	<i>Limite de sulfato (ppm)</i>	<i>Quantidade de amostra (g)</i>	<i>Limite de sulfato (ppm)</i>
0,50	2401 (= 0,240%)	4,6	261
0,55	2183 (= 0,220%)	4,8	250

	Documento: Método Específico de Controle de Qualidade Anexo B Elaborado em 17/02/2012		Nº de Revisão: 01
			Data da Revisão: 15/02/2013
Setor: Controle de Qualidade	Departamento: Técnico	Código: POPM-33-EMTAN-CQ-B	Página: 02 de 02

0,60	2001 (= 0,200%)	5,0	240
0,65	1847 (= 0,185%)	5,2	231
0,70	1715 (= 0,171%)	5,4	222
0,75	1601 (= 0,160%)	5,6	214
0,80	1501 (= 0,150%)	5,8	207
0,85	1412 (= 0,141%)	6,0	200
0,90	1334 (= 0,133%)	6,2	194
0,95	1264 (= 0,126%)	6,4	187
1,00	1200 (= 0,120%)	6,6	182
1,2	1001 (= 0,100%)	6,8	177
1,4	858	7,0	171
1,6	750	7,2	166
1,8	667	7,4	162
2,0	600	7,6	158
2,2	546	7,8	154
2,4	500	8,0	151
2,6	462	8,2	146
2,8	429	8,4	143
3,0	400	8,6	139
3,2	375	8,8	136
3,4	353	9,0	133
3,6	333	9,2	130
3,8	316	9,4	127
4,0	300	9,6	125
4,2	286	9,8	122
4,4	273	10,0	120