	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 03

ENSAIO LIMITE PARA SULFATOS

5.2.5. Sulfatos:

5.2.5.1. Dissolver 8g da amostra a 15 mL com água. Proceder conforme descrito em *Ensaio limite para sulfatos*. No máximo 0,015% (150ppm).

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.



	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 03

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 $1,2008 \times 10^{-3}$ 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
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

	Documento: Método Específico de Controle de Qualidade <u>Anexo B</u> 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: 03 de 03