	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE						
	<b>FÓSFORO TOTAL</b> <b>MÉTODO DO ÁCIDO ASCÓRBICO</b>						
	Código:	POP11	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:

### 1. OBJETIVO

Estabelecer procedimento para determinação de fósforo total, pelo método do ácido ascórbico após digestão com persulfato.

### 2. EXECUTANTE

Alunos, bolsistas e técnico (a) do laboratório.

### 3. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 st ed. 2005. Método 4500 P-B 5.0 e E

### 4. CONDIÇÕES/MATERIAIS OU EQUIPAMENTOS

#### 4.1 Materiais e Equipamentos:

- Autoclave (121 – 127°C);
- Espectrofotômetro (880 nm) ou colorimétrico;
- Cubeta de 1 cm de espaço interno;
- Frascos erlenmeyer (125 mL);
- Pipetas sorológicas (5 e 10 mL);
- Balões volumétricos (50, 100 e 1000 mL);
- Papel laminado;
- Balança analítica com precisão de 0,1 mg.


#### 4.2 Reagentes e Soluções:

- Solução de ácido sulfúrico 5N;
- Solução de hidróxido de sódio 1N;
- Solução de tartarato de antimônio e potássio;
- Solução de molibdato de amônio;
- Solução de ácido ascórbico 0,01 M;
- Solução estoque de fosfato;
- Reagente combinado;
- Solução de ácido sulfúrico para digestão;
- Solução indicadora de fenolftaleína;
- Persulfato de amônio  $[(NH_4)_2S_2O_8]$  ou de potássio  $(K_2S_2O_8)$  sólido.

### 5. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES

- a) Preparo dos reagentes
  - a.
- b) Digestão da amostra com persulfato de amônio

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE						
	<b>FÓSFORO TOTAL</b> <b>MÉTODO DO ÁCIDO ASCÓRBICO</b>						
	Código:	POP11	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:

- Pesar, em um frasco de erlenmeyer de 125 mL, 0,4 g de persulfato de amônio  $[(NH_4)_2S_2O_8]$  ou 0,5 g de persulfato de potássio  $(K_2S_2O_8)$ .
- Pipetar 5 mL da amostra não filtrada.
- Adicionar 20 mL de água destilada e 1 gota de indicador fenolftaleína.
- Se aparecer a coloração rósea característica do indicador em meio básico, adicionar a solução de digestão de  $H_2SO_4$ , gota a gota, até o desaparecimento da cor e, em seguida, adicionar mais 0,5 mL (alternativamente, usar  $H_2SO_4$ ), gota a gota, e adicionar um volume extra de 1,2 mL.
- Agitar o frasco erlenmeyer, cobrir com papel laminado e levar à autoclave por 30 min entre 121 – 127°C.
- Retirar da autoclave, colocar 1 gota de fenolftaleína, neutralizar, com solução de hidróxido de sódio 1N, até o aparecimento da cor rósea e completar o volume para 50 mL com água destilada, usando um balão volumétrico. Verter para o frasco erlenmeyer.
- Adicionar 8 mL do reagente combinado à amostra digerida com persulfato;
- Ler a absorbância no espectrofotômetro a 880 nm. Essa leitura deve ser feita entre 10 e 30 minutos após a adição do reagente combinado.

c) Utilizando-se o espectrofotômetro


Preparação dos padrões

- Pipetar 2 mL da solução estoque de fosfato em um balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada. Esta solução possui 100  $\mu g$  de  $P-PO^3_{-4}$  em 100 mL o que corresponde a 1,0 mg  $P-PO^3_{-4}/L$ .
- Repetir a operação acima com 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 mL da solução estoque de fosfato para a preparação dos padrões 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; mg  $P-PO^3_{-4}/L$ , respectivamente.
- Tomar 5 mL de cada padrão e 20 mL de água destilada e proceder à digestão com persulfato em condições ácidas, de modo similar ao que foi feito para as amostras.
- Neutralizar, corrigir o volume para 50 mL e adicionar 8 mL do reagente combinado.
- Ler a absorbância no espectrofotômetro a 880 nm. Esta leitura deve ser feita entre 10 e 30 minutos após a adição do reagente combinado.

Preparação da prova em branco

- Tomar 25 mL de água destilada e proceder à digestão com persulfato conforme procedimento já descrito.
- A leitura no espectrofotômetro com esta prova em branco deverá ser zero (o espectrofotômetro deverá ser zerado com esta prova em branco).

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César

	PROGRAMA DE GESTÃO DA QUALIDADE						
	<b>FÓSFORO TOTAL</b> <b>MÉTODO DO ÁCIDO ASCÓRBICO</b>						
	Código:	POP11	Revisão:	01	Data de Aprov.:	07/06/2018	Página:

## 6. RESULTADOS ESPERADOS

-

## 7. DEFINIÇÕES E CONCEITOS

### 7.1 Cálculos necessários:

A estimativa do teor de fósforo total existente na amostra pode ser feita diretamente da curva de calibração fazendo-se a leitura da concentração que corresponde à absorbância obtida. Alternativamente, utilizar o método dos mínimos quadrados.

### 7.2 Observação:

Toda a vidraria utilizada nesta determinação não deve ser lavada com detergente comum, pois pode contaminar com fósforo. A lavagem final da vidraria deve ser feita deixando-a imersa numa solução de ácido clorídrico (HCl), sendo enxaguada, várias vezes, com água destilada antes de ser usada.

## 8. INSTRUÇÕES DE SEGURANÇA

- Equipamentos de proteção individual (EPIs) – Jaleco, sapato fechado, calça comprida, luva de látex e óculos.
- Consultar a **FISPQ** dos reagentes usados no preparo das soluções.

## 9. DESTINO OS RESÍDUOS GERADOS

-

## 10. ANEXOS

-

## 11. CONTROLE DE REVISÕES

REVISÃO	DATA DE APROVAÇÃO	NATUREZA DA REVISÃO
00		– Criação do documento
01		– Revisão de formatação e adequação ao QLAB

APROVAÇÃO DO DOCUMENTO		
ELABORADOR (ES)	COORDENAÇÃO LAQAMB	COORDENAÇÃO LTPA
Isadora M. Martins	Profa. Cynara Aguiar	Prof. Bruno César