



NORMA TÉCNICA

L5.601

Ago/1994
4 PÁGINAS

Sólidos: determinação de metais por espectrofotometria de absorção atômica - método da extração ácida - método de ensaio

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
Avenida Professor Frederico Hermann Jr., 345
Alto de Pinheiros CEP 05459-900 São Paulo SP
Tel.: (11) 3133 3000 Fax.: (11) 3133 3402

<http://www.cetesb.sp.gov.br>

CETESB	SÓLIDOS - DETERMINAÇÃO DE METAIS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA MÉTODO DA EXTRAÇÃO ÁCIDA Método de ensaio	L5.601 AGO/94
--------	---	----------------------

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documentos complementares
- 3 Definições
- 4 Aparelhagem
- 5 Execução do ensaio
- 6 Resultados

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação de metais em sólidos com baixíssimo teor de matéria orgânica por espectrofotometria de absorção atômica.

2 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

- Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, CETESB, 1988.
- Norma CETESB L5.149 - Determinação de sólidos em águas - Métodos gravimétricos - Método de ensaio.
- NBR 5734 - Peneiras para ensaios

3 DEFINIÇÕES

3.1 Metal

Elemento químico eletropositivo, geralmente sólido, com brilho característico, bom condutor de calor e de eletricidade.

3.2 Metal pesado

Todo metal cuja densidade é superior a 5g/cm³.

3.3 Metal total

É a medida equivalente à concentração de metal orgânico e inorgânico.

3.4 Metal extraível

É a soma das concentrações do metal nas formas dissolvidas e adsorvidas no material, após extração com ácido diluído a frio.

4 APARELHAGEM

- 4.1 Balões volumétricos, de diversos volumes.
- 4.2 Pipetas volumétricas, de diversos volumes.
- 4.3 Béqueres, de diversos volumes.
- 4.4 Frascos descartáveis de polietileno ou de polipropileno, capacidade 250 mL.

4.5 Sistema de filtração a vácuo para filtração em membrana de 0.45 μm .

4.6 Almofariz de ágata ou outro recipiente apropriado.

4.7 Bandeja de vidro neutro.

4.8 Cápsulas de porcelana.

4.9 Balança analítica com precisão de 0.1 mg.

4.10 Peneira.

4.11 Agitador mecânico.

4.12 Espectrofotômetro de absorção atômica e fontes de energia radiante do elemento a ser analisado (lâmpadas de catodo oco ou de descarga sem eletrodo).

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípio do método

Os metais ligados à matéria orgânica e presentes na forma de sais precipitados e adsorvidos, são liberados empregando-se uma solução ácida diluída a frio. A amostra é vaporizada e atomizada em condições específicas. A energia radiante é emitida por uma lâmpada do elemento e absorvida na chama, proporcional à concentração do elemento na amostra.

5.2 Interferentes

5.2.1 Dependência existente entre a concentração do metal e a área superficial, que é eliminada fazendo-se a extração na porção que passa pela malha de 180 microns (80 mesh).

5.2.2 Chama de temperatura suficientemente elevada pode causar a ionização de parte dos átomos a serem determinados, o que leva a uma redução da absorção. Este tipo de interferência se controla adicionando à amostra e aos padrões um excesso de elemento facilmente ionizável.

5.2.3 A chama não suficientemente quente deixa de dissociar as ligações químicas muito estáveis, o que não permite a absorção pelos átomos. O mesmo ocorre quando os átomos dissociados formam óxidos refratários, que não mais se dissociam na temperatura da chama. É o que se denomina interferência química, que se controla adicionando à amostra uma substância que impede a formação de um composto entre o íon interferente e o elemento a ser determinado.

5.3 Reagentes

5.3.1 Solução de ácido clorídrico 0.1 N

Diluir 8.4 mL de ácido clorídrico concentrado (HCl), p.a., em água destilada e desionizada, e aferir o volume a 1000 mL.

Nota: Para preparar as soluções-estoque de cada metal a ser determinado, bem como os pontos da curva de calibração, é recomendado seguir as instruções constantes do manual de operação que acompanha o instrumento.

5.4 Coleta de amostras

As amostras para determinação de metais em sólidos são coletadas conforme Guia de Coleta de Amostras de Água, da CETESB.

5.5 Procedimento

5.5.1 Secar a amostra em estufa a 103-105°C em uma bandeja de vidro, em cápsula de porcelana, ou em um outro recipiente apropriado para eliminar a umidade.

Nota: Determinar a porcentagem de umidade, conforme Norma CETESB - L5.149.

5.5.2 Pulverizar em almofariz de ágata, em moinho de bola ou em um outro recipiente apropriado, com o cuidado de não fazê-lo demasiadamente para não alterar o tamanho natural das partículas.

5.5.3 Passar em malha de 850 microns (20 mesh) para separar a fração mais grosseira e, posteriormente, pela malha de 180 microns (80 mesh).

Nota: Conforme especificações da NBR 5734.

5.5.4 Armazenar a amostra em saco plástico de polietileno ou polipropileno.

5.6 Processamento da amostra

5.6.1 Pesar 5.00 g de amostra preparada (5.5.1 e 5.5.4) e transferir para um frasco de polietileno, ou polipropileno, capacidade 250 mL.

5.6.2 Adicionar 100 mL de solução de ácido clorídrico 0.1 N (5.3.1), e tampar os frascos.

5.6.3 Agitar, à temperatura ambiente, com agitador mecânico por duas horas.

5.6.4 Filtrar a suspensão em sistema a vácuo, empregando membrana filtrante de 0.45 µm.

5.6.5 Transferir o filtrado para balão volumétrico de 100 mL.

Nota: Não aferir o volume.

5.6.6 Determinar a concentração do metal por espectrofotometria de absorção atômica.

5.7 Curva de calibração

5.7.1 Construir curva de calibração em matriz de solução de ácido clorídrico 0.1 N (5.3.1).

5.7.2 Preparar prova em branco, com solução de ácido clorídrico 0.1 N (5.3.1).

5.7.3 A partir das leituras obtidas da curva padrão, fazer uma regressão linear e, com a equação, elaborar uma tabela absorvância x mg/L do metal.

Nota: Opcionalmente, pode-se construir uma curva em papel milimetrado, relacionando absorvância x mg/L do metal.

6 RESULTADOS

A concentração do metal é dada por:

$$C = \frac{A}{B} \times 1000$$

onde:

C = concentração do metal em $\mu\text{g/g}$.

A = concentração do metal em mg/L obtido por regressão linear ou por via gráfica.

B = massa da amostra convertida em g/L.
