

CETESB	ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE POTÁSSIO - MÉTODO DA ESPECTROFOTOMETRIA POR EMISSÃO DE CHAMA	L5.183
	Método de ensaio	NOV/90

SUMÁRIO	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Norma e documento complementares.....	1
3 Definição.....	1
4 Aparelhagem.....	1
5 Execução do ensaio.....	2
6 Resultados.....	4
Anexo - Referências bibliográficas.....	7

1 OBJETIVO

1.1 A presente Norma prescreve o método de determinação de potássio em amostras de água natural e de abastecimento, efluentes domésticos, e industriais e água do mar por espectrofotometria de emissão de chama.

2 NORMA E DOCUMENTO COMPLEMENTARES

Devem ser consultados os seguintes documentos:

- CETESB L5.012 - Tratamento preliminar de amostras de água para determinação de metais por espectrofotometria de absorção atômica/emissão de chama - Método de ensaio
- Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

3 DEFINIÇÃO

Para os efeitos desta Norma, é adotada a seguinte definição:

3.1 Limite de detecção

Menor concentração do elemento em estudo que produz um sinal significativamente maior que o "background" do aparelho.

4 APARELHAGEM

4.1 Vidraria, materiais e equipamentos

4.1.1 Vidraria, materiais e equipamentos constantes da seção 3.1 da Norma L5.012.

4.1.2 Espectrofotômetro de absorção atômica ou fotômetro de chama,

constituído essencialmente de:

- a) sistema atomizador-queimador, para produzir vapor atômico de solução da amostra, em chama de ar-acetileno, 2 200°C;
- b) monocromador, ou filtro com fenda, para isolar a linha espectral;
- c) detector, para medir a intensidade da radiação emitida pelo elemento na chama, associado a amplificador de sinal.

5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1 Princípio gerais

5.1.1 A concentração de um elemento em uma amostra é determinada por espectrofotometria de absorção atômica/emissão de chama, medindo-se a intensidade de radiação emitida pelo elemento na chama. Esta quantidade de radiação emitida é proporcional à concentração do elemento na amostra.

5.1.2 A amostra, ou amostra pré-tratada, é aspirada numa chama de temperatura adequada para vaporizá-la e atomizá-la, excitando dessa maneira o elemento a ser determinado. Em seguida a radiação emitida passa por um monocromador e atinge um detector, que mede a quantidade de radiação emitida pelo elemento atomizado na chama. Esta quantidade é referida a uma curva de calibração.

5.1.3 Os limites de detecção, a sensibilidade e as faixas ótimas (lineares) de concentração para cada metal variam conforme os recursos do espectrofotômetro. Os limites de detecção podem ser melhorados, empregando-se tratamentos preliminares que não usem a chama como elemento volatilizador, como por exemplo, a microtécnica do forno de grafite. A faixa ótima de concentração, na maioria dos casos, pode ser ampliada, usando-se escala expandida ou reduzida.

5.2 Princípio do método

Para a concentração do elemento potássio, a amostra ou amostra pré-tratada é vaporizada e atomizada em chama de ar-acetileno, em condições de operação específicas. A quantidade de radiação emitida pelo elemento na chama, é proporcional à concentração de potássio, na amostra. O comprimento de onda utilizado é 783,4 nm-VIS.

5.3 Reagentes

Todos os reagentes devem ser p.a.-- A.C.S.

5.3.1 Reagentes constantes da seção 3.2 (itens 3.2.1 a 3.2.4) da Nor

ma L5.012.

5.3.2 Ar comprimido, isento de óleo, água, pós e outras substâncias.

5.3.3 Acetileno para absorção atômica, dissolvido em acetona. Reencher quando a pressão estiver abaixo de 686,6 kPa (7 kgf/cm²), para evitar contaminação pela acetona.

5.3.4 Solução-estoque de potássio

Dissolver 1,907 g de cloreto de potássio, KCl, seco a 140°C, em água destilada e desionizada contendo 10 mL de HNO₃ conc., e completar a 1 000 mL.

1,00 mL desta solução contém 1,00 mg K.

5.4 Interferentes

O potássio é parcialmente ionizável em chama de ar-acetileno. Os efeitos desta ionização podem ser substancialmente diminuídos pela adição de um outro álcali em excesso (1000-2000 µg/mL aos padrões e amostras).

5.5 Coleta de amostras

As amostras para a determinação de potássio, são coletadas conforme o Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

5.6 Procedimento

5.6.1 Ajuste do aparelho

Em vista da grande variedade de marcas e modelos de espectrofotômetros de absorção atômica e fotômetros de chama, é recomendável seguir as instruções para funcionamento e as condições de operação constantes do manual que acompanha o instrumento.

5.6.2 Construção da curva de calibração

5.6.2.1 Deve ser empregado ácido de um mesmo lote na preservação da amostra, na preparação dos reagentes e no processamento da prova em branco, das soluções padrão e da amostra.

5.6.2.2 No momento do uso, preparar um branco de água destilada e desionizada, 3 a 6 soluções-padrão de várias concentrações de potássio, fazendo diluições da solução-estoque (5.3.4) em balão volumétrico, com solução de HNO₃ a 0,15% de modo a se obter soluções padrão numa faixa de concentração que inclua a concentração de potássio esperada.

5.6.2.3 Queimar cada solução na chama, e ler a intensidade da radiação.

Nota: A média de valores obtidos para cada solução-padrão é mais

confiável que um valor isolado.

5.6.2.4 Construir uma curva de calibração com intensidade de radiação \times mg K/L, em papel milimetrado, tomando a origem como um ponto da curva.

5.6.2.5 Descartar as soluções-padrão após o uso.

Nota: A curva de calibração vale para um determinado aparelho, e deve ser feita nova curva para cada lote de amostras.

5.6.3 Processamento da amostra

5.6.3.1 Pré-tratar as amostras conforme Norma CETESB L5.012, seção 4.4.2. No caso de amostras de águas naturais e de abastecimento, pode-se usar uma alíquota homogênea sem pré-tratamento ou apenas decantada.

5.6.3.2 Lavar o atomizador, aspirando solução de ácido nítrico à 0,15% e zerar o aparelho.

5.6.3.3 Preparar uma prova em branco, diluindo HNO_3 conc., de modo a obter uma solução de concentração equivalente à concentração desse ácido na amostra. Usar ácido de um mesmo lote em todas as operações.

5.6.3.4 Adicionar à amostra, ou amostra pré-tratada, bem como à prova em branco e padrões alcali em excesso (1000-2000 $\mu\text{g/mL}$, de preferência lítio).

5.6.3.5 Queimar a amostra, e ler a intensidade de radiação. Caso seu valor seja superior ao valor da intensidade do padrão mais concentrado, diluir nova alíquota de amostra e tornar a queimá-la.

5.6.3.6 Queimar a prova em branco, e ler a intensidade da radiação.

5.6.3.7 Correr um padrão com cada lote de amostras desde o pré-tratamento.

5.6.3.8 Desligar a chama, fechando primeiro o fornecimento de acetileno, e em seguida, o de ar.

6 RESULTADOS

6.1 Expressão dos resultados

6.1.1 A concentração de potássio é dada por:

$$\text{mg/L K} = (\text{mg/L K na porção}) \times F$$

onde:

F = fator de diluição, ou seja:

$$F = \frac{\text{mL da amostra} + \text{mL de água destilada}}{\text{mL da amostra}}$$

6.2 Precisão e exatidão

Em um único laboratório, usando amostras de água destilada contendo 1,6 e 6,3 mg/LK, os desvios padrões foram de $\pm 0,2$ e $\pm 0,5$, respectivamente. As recuperações destes níveis foram de 103% e 102% respectivamente.

/ANEXO

REVOGADA

REVOGADA

ANEXO - REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

- A-1 AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater., 17^a ed. New York, APHA, AWWA, WPCF, 1990.
- A-2 ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - Manual of Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes., Washington, EPA, Office of Technology Transfer, 1974.
- A-3 PERKIN ELMER CORPORATION - Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry., Norwalk, Connecticut, U.S.A. JAN, 1982.
-

RENOVAGAD