

CETESB	DETERMINAÇÃO DE MERCÚRIO TOTAL	L5.325 DEZ/88
	EM TECIDO FOLIAR Método de ensaio	

SUMÁRIO	Pág.
1 Objetivo.....	1
2 Aparelhagem.....	1
3 Execução do ensaio.....	4
4 Resultados.....	6

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação de mercúrio total em amostras de tecido foliar.

2 APARELHAGEM

2.1 Vidraria, materiais e equipamentos

2.1.1 Toda a vidraria e materiais afins deverão ser lavados com solução de ácido nítrico a 10% (baixo teor de mercúrio), enxaguados com água destilada e desionizada isenta de metais, seca em estufa a 140°C por 12 horas, mantendo-os segregados para posterior uso.

2.1.2 Pipetas volumétricas de vidro borossilicato, diversos volumes.

2.1.3 Pipetas graduadas de vidro borossilicato, diversos volumes.

2.1.4 Balões volumétricos de vidro borossilicato, com tampa de polietileno, diversos volumes.

2.1.5 Béquer de vidro borossilicato, com capacidade de 300 e 600 mL.

2.1.6 Almofariz e pistilo, de porcelana.

2.1.7 Frasco de DBO com tampa, de vidro borossilicato.

2.1.8 Vidro de relógio de 10 cm de diâmetro.

2.1.9 Bandejas de vidro borossilicato.

2.1.10 Peneira com malha de 20 mesh.

2.1.11 Estufa para operar na faixa de 140°C.

2.1.12 Chapa de aquecimento retangular.

2.1.13 Balança analítica.

2.1.14 Banho maria com termostato para utilização a $65 \pm 5^\circ\text{C}$.

2.1.15 Espectrofotômetro de absorção atômica, com os seguintes acessórios (ver Figura):

- a) lâmpada de catodo oco de mercúrio;
- b) registrador;
- c) cela de absorção, caminho óptico de 10 a 18 cm e janelas de quartzo;
- d) bomba de ar com vazão de 1 L/min. ou vácuo com medidor de vazão para 1 L/min.;
- e) frasco de DBO com tampa;
- f) aerador de vidro adaptável ao frasco de DBO;
- g) tubo de secagem, 150 x 20 mm, contendo 20 g de $Mg(ClO_4)_2$;
- h) dispositivo de absorção de vapores de mercúrio, contendo um dos seguintes absorvedores:
 - carvão ativado;
 - solução de $KMnO_4$ 0,1 N + solução de H_2SO_4 à 10% em partes iguais;
 - solução de iodo a 0,25% em solução de KI à 3%;
- i) conexões de vidro, em "T";
- j) tubos de tygon para conexões.

2.1.16 Como alternativa ao item 2.1.15, pode-se utilizar um sistema de detecção de mercúrio operando em 253,6 nm, com caminho óptico de 30 cm (monitor UV para determinação de mercúrio).

2.2 Reagentes

2.2.1 A água destilada e desionizada, deve ser isenta de íons metálicos, com condutividade inferior a 0,2 $\mu s/cm$, sendo utilizada no preparo de soluções, nas diluições das amostras e nas lavagens finais de vidraria e materiais.

2.2.2 Ácido nítrico (HNO_3) conc. p.a. com baixo teor de mercúrio (0,0000005% Hg).

2.2.3 Ácido clorídrico (HCl) conc. p.a.

2.2.4 Ácido clorídrico (HCl) 1 + 1 redestilado.

2.2.5 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) conc. p.a. com baixo teor de mercúrio (0,0000005% Hg).

2.2.6 Solução de permanganato de potássio ($KMnO_4$) 5%, com baixo teor de mercúrio.

Pesar 50 g de permanganato de potássio ($KMnO_4$) p.a. com baixo teor de mercúrio (0,0000005% Hg), dissolver em água destilada e desionizada (item 2.2.1) e diluir a 1 000 mL.

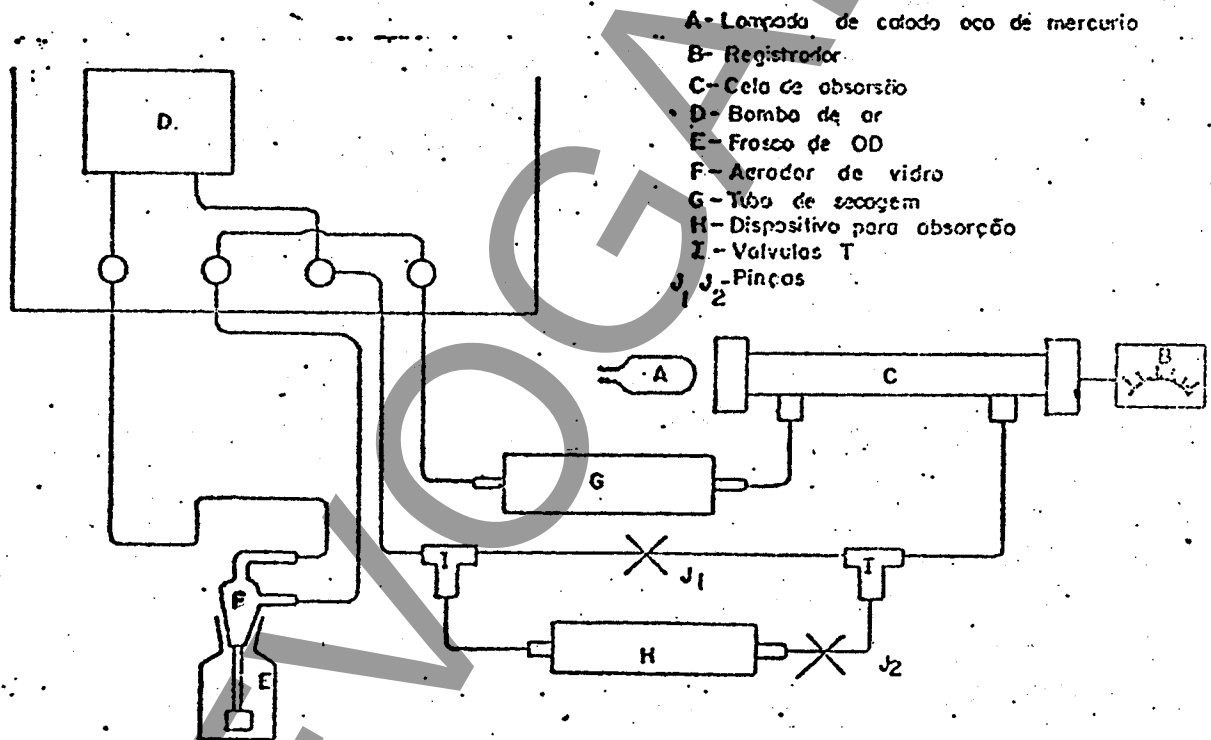


FIGURA - Esquema do equipamento para determinação de mercúrio

2.2.7 Solução de cloreto de hidroxilamônio (HONH_2Cl) à 12% com baixo teor de mercúrio. Pesar 120 g de cloreto de hidroxilamônio p.a. (HONH_2Cl) com baixo teor de mercúrio (0,000001% Hg), dissolver em água destilada e desionizada (item 2.2.1) e diluir a 1 000 mL.

2.2.8 Solução de cloreto estanoso ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) à 10% com baixo teor de mercúrio. Pesar 100 g de cloreto estanoso p.a. ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) com baixo teor de mercúrio (0,000001% Hg), dissolver em 12,5 mL de HCl conc. p.a., adicionar água destilada e desionizada (item 2.2.1) e diluir a 1 000 mL.

2.2.9 Solução de persulfato de potássio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) p.a. à 5%. Pesar 50 g de persulfato de potássio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) p.a., dissolver em água destilada e desionizada (item 2.2.1) e diluir a 1 000 mL.

2.2.10 Solução estoque de mercúrio (1 g/L)

Em balão volumétrico de 1 000 mL colocar cerca de 200 mL de água destilada e desionizada (item 2.2.1), 10 mL de ácido sulfúrico conc. p.a. (item 2.2.5) e 0,5 g de dicromato de potássio p.a. ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$). Agitar vagarosamente até dissolução. Em um béquer, dissolver (1,080 g) de óxido de mercúrio II (HgO) em 50 mL de solução de HCl 1 + 1 (item 2.2.4) redestilado, transferir também para o balão de 1 000 mL contendo a solução de dicromato de potássio + ácido sulfúrico. Diluir a marca com água destilada e desionizada (item 2.2.1).

1,00 mL = 1,00 mg Hg

Estabilidade da solução: 6 meses

2.2.11 Solução intermediária de mercúrio (10 mg/L)

Pipetar 10,0 mL da solução estoque de mercúrio (item 2.2.10) para balão volumétrico de 1 000 mL. Diluir à marca com água destilada e desionizada.

1,00 mL = 10,00 µg Hg.

Nota: Esta solução deverá ser preparada diariamente.

2.2.12 Solução de trabalho de mercúrio (0,1 mg/L)

Pipetar 10,0 mL da solução intermediária de mercúrio (item 2.2.11) para balão volumétrico de 1 000 mL. Diluir à marca com água destilada e desionizada.

1,00 mL = 0,10 µg Hg

Nota: Esta solução deverá ser preparada diariamente.

3 EXECUÇÃO DO ENSAIO

3.1 Princípio do método

O método consiste na oxidação da matéria orgânica através de digestão ácida, com posterior solubilização da amostra para liberação do mercúrio contido nos compostos organometálicos, sendo quantificado a seguir através da técnica de espectrofotometria de absorção atômica ou por monitor UV para determinação de mercúrio.

3.2 Coleta de amostras

As amostras deverão ser coletadas em saco plástico (polietileno ou polipropileno) e mantidas em freezer.

3.3 Procedimento

3.3.1 Tratamento da amostra

3.3.1.1 Determinação da umidade a 60°C. Transferir toda a amostra disponível para um béquer previamente tarado e manter em estufa à 60°C por 48 horas. Pesar até peso constante.

3.3.1.2 Triturar a amostra seca a 60°C (item 3.3.1.1) em almofariz de porcelana até sua total homogeneização.

3.3.1.3 Peneirar a amostra triturada (item 3.3.1.2) em peneira de malha 20 mesh, desprezando o material retido.

3.3.1.4 Pesar 2,0 g do material peneirado (item 3.3.1.3) em duplicata, para béquer de 300 mL.

3.3.1.5 Adicionar 20 mL de água destilada e desionizada (item 2.2.1), 10 mL de ácido nítrico conc. p.a. com baixo teor de mercúrio (item 2.2.2) e 5 mL de ácido sulfúrico conc. p.a. com baixo teor de mercúrio (item 2.2.5).

3.3.1.6 Tampar o béquer com vidro de relógio e manter em chapa de aquecimento até aparecimento de fumos brancos.

3.3.1.7 Adicionar 5 mL de ácido nítrico conc. p.a. com baixo teor de mercúrio (item 2.2.2), voltar à chapa de aquecimento até aparecimento de fumos brancos.

Nota: Caso a solução continuar escura, repetir o item 3.3.1.7.

3.3.1.8 Transferir a solução digerida para frasco de DBO (item 2.1.7) e elevar o volume a 100 mL aproximadamente com água destilada e desionizada.

3.3.1.9 Adicionar 2,5 mL de ácido nítrico conc. p.a. com baixo teor de mercúrio (item 2.2.2), 15 mL de solução de permanganato de potássio à 5% (item 2.2.6). Aguardar 15 minutos e adicionar 8 mL de solução de persulfato de potássio à 5% (item 2.2.9).

3.3.1.10 Colocar em banho maria a $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 2 horas. Retirar e deixar esfriar à temperatura ambiente.

3.3.1.11 Adicionar 10 mL da solução de cloreto de hidroxilamônio à 12% (item 2.2.7). Aguardar 30 segundos, adicionar 5 mL de solução de cloreto estânico à 10% (item 2.2.8) e conectar imediatamente o frasco de DBO ao aparelho. Anotar a leitura obtida.

3.3.1.12 Efetuar uma prova em branco, tratando 20 mL de água destilada e desionizada (item 2.2.1) conforme os itens 3.3.1.5 a 3.3.1.11.

3.3.2 Construção da curva de calibração

3.3.2.1 Preparar soluções padrão de várias concentrações de mercúrio, fazendo diluições da solução de trabalho de mercúrio (item 2.2.12) com pipeta volumétrica em béquer de 300 mL, conforme Tabela.

TABELA

Solução de trabalho de mercúrio adicionado (mL)	Concentração de mercúrio (μg)
0	-
0,5	0,05
1,0	0,1
2,0	0,2
3,0	0,3
5,0	0,5

3.3.2.2 Tratar cada uma destas soluções conforme os itens 3.3.1.5 a 3.3.1.11.

3.3.2.3 Construir uma curva de calibração absorbância x $\mu\text{g Hg}$ utilizando papel milimetrado, subtraindo o valor obtido no branco de todas as leituras.

Nota 1: Opcionalmente pode-se fazer a regressão linear dos pares absorbância/concentração.

Nota 2: A curva de calibração vale para um determinado aparelho, e **deve ser feita nova curva todas as vezes que se correr um novo lote de amostras.**

4 RESULTADOS

4.1 Expressão do resultado

4.1.1 A concentração de mercúrio é dada por:

$$C \text{ } \mu\text{g/g} = \frac{L}{m}$$

onde:

L = concentração de mercúrio obtida da curva de calibração, em μg

m = massa da amostra, em g.