



NORMA TÉCNICA

L5.600

Jul/1994
3 PÁGINAS

Sólidos: determinação de metais por espectrofotometria de absorção atômica - método da digestão acida com água régia - 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 DIGESTÃO ÁCIDA COM ÁGUA RÉGIA Método de ensaio	L5.600 JUL/94
--------	--	----------------------

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documento complementar
- 3 Aparelhagem
- 4 Execução do ensaio
- 5 Curvas de calibração
- 6 Resultados

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve a determinação de metais em resíduos sólidos com alto teor de matéria orgânica, por espectrofotometria de absorção atômica.

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

- 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 APARELHAGEM

- 3.1 Balões volumétricos, de diversos volumes.
- 3.2 Pipetas volumétricas, de diversos volumes.
- 3.3 Almofariz de ágata ou outro recipiente apropriado.
- 3.4 Bandeja de vidro.
- 3.5 Cápsulas de porcelana.
- 3.6 Balança analítica com precisão de ± 0.1 mg.
- 3.7 Peneira com malha de 20 e 80 mesh.
- 3.8 Agitador mecânico.
- 3.9 Chapa de aquecimento.
- 3.10 Estufa regulável para operar a 103-105°C.
- 3.11 Espectrofotômetro de absorção atômica e fontes de energia radiante dos elementos a serem analisados (lâmpadas de cátodo oco ou de descarga sem eletrodo).

Notas: a) Todos os reagentes devem ser p.a.

- b) A vidraria empregada para a determinação de metais deve ser lavada com solução de ácido nítrico 1:1 e enxaguada com água destilada e desionizada.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Princípio do método

Os metais ligados à matéria orgânica e presentes na forma de precipitados, são oxidados através da digestão ácida a quente, com posterior solubilização da amostra para liberação do metal. A amostra é vaporizada e atomizada em condições específicas. A energia radiante é emitida por uma lâmpada de cátodo oco do elemento e absorvida na chama, proporcional à concentração do elemento na amostra.

4.2 Tratamento preliminar da amostra

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

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

4.2.3 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 especificação da NBR 5734.

4.2.4 Armazenar a amostra em saco plástico de polietileno.

4.3 Processamento da amostra

4.3.1 Pesar 1,00 g da amostra bruta ou preparada (4.2.1 a 4.2.3) em um béquer de 300 mL.

4.3.2 Adicionar 40 mL de água destilada e desionizada. Em seguida, adicionar 10 mL de ácido nítrico concentrado (HNO_3), p.a., e 30 mL de ácido clorídrico concentrado (HCl), p.a.

4.3.3 Tampar o béquer com vidro de relógio e digerir em chapa de aquecimento até concentrar e atingir um volume de ± 15 mL.

4.3.4 O final da digestão é indicado quando a solução estiver ligeiramente colorida. Caso contrário, repetir as adições de ácido nítrico até que isso ocorra.

4.3.5 Transferir quantitativamente a solução para um balão volumétrico de 100 mL, aferindo o volume com água destilada e desionizada.

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

5 CURVAS DE CALIBRAÇÃO

5.1 Construir curva de calibração em matriz de água régia.

5.2 Preparar prova em branco, com água régia.

5.3 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.

- Notas:
- O ajuste do aparelho deve seguir as instruções para o funcionamento e as condições de operação constantes do manual que acompanha o instrumento.
 - Opcionalmente, pode-se construir uma curva em papel milimetrado, relacionando absorvância x mg/L do metal.

6 RESULTADOS

Calcular a concentração do metal pela seguinte expressão:

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

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 seca convertida em g/L.

Nota: Determinar paralelamente a porcentagem de umidade da amostra bruta.