



NORMA TÉCNICA

L8.015

Mai/1986
3 PÁGINAS

Material particulado em suspensão na atmosfera -
determinação da concentração de chumbo por
espectrofotometria de absorção atômica: 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](http://www.cetesb.sp.gov.br)

SUMÁRIO

Pág.

1 OBJETIVO	1
2 NORMAS COMPLEMENTARES	1
3 APARELHAGEM	1
4 EXECUÇÃO DO ENSAIO	1
5 RESULTADOS	3

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método para determinação da concentração de chumbo e seus compostos em material particulado em suspensão na atmosfera, medidos como chumbo elementar pelo método de espectrofotometria de absorção atômica.

2 NORMAS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

L8.010 – Material particulado em suspensão na atmosfera – Determinação da concentração utilizando o amostrador de grandes volumes.

3 APARELHAGEM

- 3.1 Amostrador de grandes volumes.
- 3.2 Filtros de fibra de vidro, de 203 mm x 254 mm.
- 3.3 Béquers, de 100 ml, de vidro resistente ao calor.
- 3.4 Balões volumétricos de 200 e 1000 ml.
- 3.5 Pipetas.
- 3.6 Frascos de polietileno.
- 3.7 Vidros de relógio.
- 3.8 Chapa elétrica de aquecimento.
- 3.9 Espectrofotômetro de absorção atômica.
- 3.10 Funil de vidro.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO**4.1 Princípio do método**

O material particulado em suspensão na atmosfera é coletado, geralmente durante 24 horas, em filtro de fibra de vidro,

utilizando-se um amostrador de grandes volumes. O chumbo do material particulado é solubilizado por extração a quente com ácido nítrico. A análise é feita por espectrofotometria de absorção atômica.

4.2 Reagentes

4.2.1 Ácido nítrico (HNO_3) PA, (63%).

4.2.2 Água deionizada.

4.2.3 Ácido nítrico 3 M

Verter 206 ml de HNO_3 concentrado em cerca de 300 ml de água deionizada contida em um balão volumétrico de 1 000 ml. Agitar bem e deixar esfriar.

Completar o volume com água deionizada e agitar novamente.

4.2.4 Ácido nítrico 0,45 M

Verter 31 ml de HNO_3 concentrado em cerca de 500 ml de água deionizada contida em balão volumétrico de 1 000 ml. Agitar bem e deixar esfriar. Completar o volume com água deionizada e agitar novamente.

4.2.5 Solução-padrão-estoque de chumbo (1 000 mg Pb/ml)

Secar em estufa aproximadamente 10 g de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, grau PA, durante 4 h a 120°C . Esfriar em dessecador. Dissolver 1,598 g em HNO_3 0,45M num balão volumétrico de 1 000 ml. Completar o volume com HNO_3 0,45M e agitar. Guardar em frasco de polietileno.

4.2.6 Solução-padrão-trabalho de chumbo (50 μg Pb/ml)

Pipetar 25,0 ml de solução-padrão-estoque para um balão volumétrico de 500 ml e diluir com água deionizada. Preparar diariamente.

4.3 Lavagem da vidraria

Lavar toda a vidraria a ser utilizada no ensaio:

- inicialmente, lavar com detergente (se necessário, usar solução sulfocrômica);
- enxaguar;
- deixar permanecer imersa em solução de ácido nítrico a 20%, em massa, durante quatro horas, no mínimo;
- lavar três vezes em água destilada;
- secar em estufa.

4.4 Amostragem

Amostrar ar atmosférico procedendo conforme L8.010, nas partes pertinentes.

4.5 Procedimento

4.5.1 Com o auxílio de uma régua calçada e uma lâmina afiada, e sem deixar que a régua toque no material amostrado, cortar uma tira do filtro exposto, na direção da menor dimensão, com área igual a 1/8 da área exposta.

4.5.2 Colocar a tira em um béquer de 100 ml e adicionar 30 ml de HNO_3 3M, de modo que o papel fique completamente imerso. Cobrir o béquer com um vidro de relógio.

4.5.3 Colocar o béquer sobre a chapa elétrica e deixar ferver brandamente durante uma hora para a completa solubilização do chumbo. Não deixar a amostra evaporar-se até a secura.

4.5.4 Deixar o béquer esfriar e transferir a solução para o balão volumétrico de 200 ml do seguinte modo:

- lavar bem o vidro de relógio com água deionizada, recolhendo a água de lavagem no balão;
- transferir o conteúdo do béquer para o balão;
- com o auxílio de um bastão de vidro pressionar a tira de filtro contra a parede do béquer;
- transferir o extrato para o balão.

4.5.5 Adicionar 80 ml de água deionizada ao béquer, cobrir com vidro de relógio e deixar em repouso durante 30 minutos, no mínimo. Esta etapa é muito importante e não pode ser omitida, pois permite ao Pb retido no filtro difundir-se na água.

4.5.6 Transferir a água do béquer para o balão. Repetir 3.5.4 c).

4.5.7 Lavar o béquer mais duas vezes com água deionizada até que o volume total no balão esteja entre 160 e 170 ml. Não é necessário deixar o béquer em repouso.

4.5.8 Fechar o balão, agitar vigorosamente. Deixar em repouso por 5 minutos e completar o volume com água deionizada. Agitar.

4.5.9 Transferir o conteúdo para um frasco de polietileno. Deixar decantar durante 4 horas.

4.5.10 Com auxílio de uma pipeta, transferir uma alíquota da parte solúvel para outro frasco de polietileno. Esta alíquota será utilizada para análise.

4.5.11 Fazer prova em branco, utilizando filtro não exposto.

Nota: O teor de chumbo nos filtros não é crítico porém é desejável que seja baixo. O mais importante é que dentro do mesmo lote a variação do teor, de um filtro para outro, seja bem pequena.

4.6 Análise

4.6.1 Ajustar o espectrofotômetro de absorção atômica, de acordo com as instruções do fabricante.

4.6.2 Introduzir a amostra no espectrofotômetro e registrar a absorbância (A). Proceder da mesma maneira com a prova em branco.

4.7 Construção da curva de calibração

4.7.1 Tomar cinco balões volumétricos de 50 ml e, em quatro deles, pipetar separadamente, 1, 2, 5 e 10 ml da solução padrão-trabalho.

4.7.2 Completar os volumes dos cinco balões com água deionizada. Agitar.

Nota: Os balões, do primeiro ao quinto terão as concentrações (C) de: 0; 1,0; 2,0; 5,0 e 10,0 µg de Pb por ml de solução.

4.7.3 Introduzir um a um os padrões no espectrofotômetro e registrar as respectivas absorbâncias (A). Construir a curva de calibração A x C.

5 RESULTADOS

A concentração de chumbo é calculada pela fórmula:

$$C_{Pb} = \frac{1600 (C_1 - C_0)}{V}$$

onde:

C_{Pb} = concentração de chumbo ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

C_1 = concentração de chumbo na amostra, obtida através da curva ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

C_0 = concentração de chumbo na prova em branco, obtida através da curva ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

V = volume de ar amostrado (m^3)