



NORMA TÉCNICA

L5.198

Dez/1995
4 PÁGINAS

Águas: determinação de selênio - método da espectrometria de absorção atômica eletrotermica por forno de grafite com corretor zeeman - 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	ÁGUAS - DETERMINAÇÃO DE SELÊNIO - MÉTODO DA ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA ELETROTÉRMICA POR FORNO DE GRAFITE COM CORRETOR ZEEMAN Método de ensaio	L5.198 DEZ/95
--------	--	----------------------

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Princípio do método
- 3 Interferentes
- 4 Documento complementar
- 5 Aparelhagem
- 6 Reagentes
- 7 Método de ensaio
- 8 Resultado

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de selênio em amostras de águas naturais e de abastecimento, efluentes domésticos e industriais, em concentrações superiores a 0,002 mg/L Se.

1.2 Esta Norma é complementar ao Decreto Estadual nº 8468, Capítulo II, Artigos 11, 12, 18 e 19 A, de 8/9/76.

2 PRINCÍPIO DO MÉTODO

A amostra é injetada e/ou pipetada para o interior de um tubo de grafite. A amostra passa por um processo de secagem para eliminação do solvente. Após esta etapa, a amostra é pré-tratada em temperatura adequada para oxidação da matéria orgânica, até a mineralização completa. Em seguida a amostra é atomizada eletrotermicamente em forno de grafite para a formação da nuvem atômica.

A quantidade de energia radiante emitida por uma lâmpada de cátodo oco ou de descarga sem eletrodo absorvida no interior de um tubo de grafite é proporcional à concentração de selênio na amostra.

3 INTERFERENTES

3.1 Formação de óxidos metálicos antes da atomização.

3.2 Absorção de fundo devido ao alto tempo de residência da amostra no caminho ótico.

3.3 Perda de selênio durante a etapa de secagem, em particular nos sais voláteis, como no caso dos cloretos.

3.4 Efeito matricial físico e químico.

3.5 Absorção de fundo provocada pela absorção não específica, como espalhamento de luz e absorção molecular. Este tipo de interferência é minimizada pelo sistema de correção de fundo (corretor de "background").

3.6 Perda da eficiência do tubo de grafite. O número de atomizações recomendado é 300. Este número pode variar dependendo da matriz.

4 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- Guia de Coleta e Preservação de amostras de águas. CETESB, 1988.

5 APARELHAGEM

5.1 Béqueres de diversos volumes.

5.2 Pipetas volumétricas de diversos volumes.

5.3 Balões volumétricos de diversos volumes.

5.4 Espectrômetro de absorção com atomização em forno de grafite, e com corretor Zeeman.

5.5 Chapa de aquecimento.

5.6 Balança analítica com precisão de 0.1 mg.

6 REAGENTES E SOLUÇÕES

6.1 Ácido nítrico concentrado, HNO_3 , p.a., ACS.ISO.

6.2 Ácido clorídrico concentrado, HCl , p.a., ACS.ISO.

6.3 Peróxido de hidrogênio, H_2O_2 , 30%, p.a.

6.4 Solução de ácido clorídrico 10%.

Diluir 10 mL de ácido clorídrico (6.2) para 100 mL, com água destilada e desionizada.

6.5 Solução-estoque de selênio

Dissolver 1,000 g de selênio metálico, Se^0 , p.a., em um volume mínimo de ácido nítrico concentrado, HNO_3 , p.a. (6.1). Evaporar até a secura e adicionar 2 mL de água destilada e desionizada. Evaporar até a secura por mais duas ou três vezes. Dissolver em ácido clorídrico 10% (6.4) e diluir para 1000 mL em balão volumétrico.

Nota: 1 mL da solução contém 1000 μg de Se.

6.6 Solução intermediária de selênio

Diluir 1 mL da solução (6.5) e completar o volume a 1000 mL em balão volumétrico.

Nota: Preparar diariamente.

6.7 Modificador de matriz

Dissolver 2.0 g de nitrato de níquel, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ultrapuro, p.a., em água destilada e desionizada, aferindo o volume a 100 mL em balão volumétrico.

7 MÉTODO DE ENSAIO

Existem variações do método, adaptadas aos diversos tipos de amostras.

7.1 Método A: Injeção direta

Aplica-se a água que não contém sólidos em suspensão e/ou sedimentáveis e que apresentam homogeneidade.

7.1.1 A amostra deve ser injetada e/ou pipetada diretamente para o interior do tubo de grafite.

7.2 Método B: Pré-tratamento

Aplica-se a águas que contém sólidos em suspensão e/ou sedimentáveis e que não apresentam homogeneidade.

7.2.1 Transferir 100 mL de amostra homogeneizada para um béquer de 300 mL.

7.2.2 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado, HNO_3 , p.a., ACS-ISO (6.1).

7.2.3 Adicionar 1 mL de peróxido de hidrogênio, H_2O_2 , 30%, p.a. (6.3).

7.2.4 Levar à chapa de aquecimento até a redução do volume para 50 mL.

7.2.5 Esfriar e transferir quantitativamente para o balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água destilada e desionizada.

- Notas:** a) Caso a amostra apresente material de suspensão ao final da digestão, é necessário filtrar a amostra em papel de filtro de filtração média, somente após completar o volume.
- b) A prova em branco, os padrões da curva de calibração e de carta de controle deverão seguir o mesmo procedimento da amostra.

7.3 Ajuste do aparelho

Em vista da grande variedade de marcas e modelos de espectrômetros de absorção atômica com atomização em forno de grafite existentes, é recomendado seguir as instruções de operação constantes do manual que acompanha o instrumento.

7.3.1 Curva de calibração

Preparar soluções-padrão de selênio de 5,00 µg/L, 10,00 µg/L, 25,00 µg/L e 50,00 µg/L, a partir de solução intermediária (6.6), utilizando respectivamente 2 mL, 4 mL, 10 mL e 20 mL em balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água destilada e desionizada.

- Notas:
- A prova em branco e as soluções-padrão devem ter a mesma concentração de ácido nítrico que a amostra.
 - Deve ser empregado ácido nítrico de um mesmo lote na preparação das soluções, no processamento da prova em branco, das soluções-padrão e da amostra.
 - Opcionalmente, pode-se determinar a equação da reta que melhor se adapte aos pontos obtidos, por meio de regressão linear.
 - Elaborar uma curva de calibração cada vez que forem preparadas ou utilizadas novas soluções, novos reagentes ou após alguma alteração no aparelho.

7.3.2 Condições analíticas para desenvolvimento de método

As condições analíticas abaixo recomendadas referem-se somente aos aparelhos que possuem corretor de sinal de fundo ("background") do tipo Zeeman:

- comprimento de onda: 196,0 nm;
- fenda: 2,0 mm;
- tipo de tubo e plataforma: tubo de grafite pirolítico com plataforma de L'VOV;
- modificador de matriz: nitrato de níquel 2%;
- temperatura de secagem: 90-120°C;
- temperatura de pré-tratamento: 900-1300°C;
- temperatura de atomização: 2100-2300°C;
- gás/fluxo: nitrogênio ou argônio/300mL/minuto;
- diluyente: solução de ácido nítrico 0,2%;
- volume de amostra/tempo de secagem: 20 µL - 40 segundos e 40 µL - 60 segundos.

8 RESULTADO

A concentração de selênio é obtida diretamente da equação da curva de calibração. Se a amostra sofreu diluições este resultado deve ser multiplicado pelo fator correspondente.