



CETESB

# NORMA TÉCNICA

L5.199

Dez/1995  
7 PÁGINAS

Águas: determinação de metais (prata, zinco, níquel, cádmio, chumbo, cobalto e cobre) - método da espectrometria de absorção atômica por chama - 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	<b>ÁGUAS – DETERMINAÇÃO DE METAIS (PRATA, ZINCO, NÍQUEL, CÁDMIO, CHUMBO, COBALTO E COBRE) – MÉTODO DA ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA POR CHAMA</b>  Método de ensaio	L5.199  DEZ/95
--------	--	----------------------

## SUMÁRIO

- 1 Objetivo
  - 2 Documentos complementares
  - 3 Definições
  - 4 Aparelhagem
  - 5 Reagentes
  - 6 Execução do ensaio
  - 7 Resultado
- ANEXO - Tabelas

### 1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método para determinação de metais (Prata, Zinco, Cádmio, Níquel, Chumbo, Cobalto e Cobre) em águas naturais e de abastecimento, efluentes domésticos e industriais por espectrometria de absorção atômica.

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 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

- Guia de Preservação de Amostras de Águas, CETESB, 1988.
- L5.012 - Tratamento preliminar de amostras de água para determinação de metais por espectrofotometria de absorção atômica - Emissão de chama - Método de ensaio - CETESB, 1978.

### 3 DEFINIÇÕES

Para efeito desta Norma são adotadas as definições de 3.1 a 3.8.

#### 3.1 Metal

Elemento químico, geralmente sólido, com brilho característico, bom condutor de calor e eletricidade, e que possui tendência acentuada de perder elétrons.

#### 3.2 Prata

Elemento químico de número atômico 47 e massa atômica 107,87 g/mol, cujo símbolo é Ag. É um metal branco, sólido, brilhante, atacado por agentes oxidantes.

### 3.3 Zinco

Elemento químico de número atômico 30 e massa atômica 65,37 g/mol, cujo símbolo é Zn. É um metal sólido, dúctil e maleável, de cor branco-azulada.

### 3.4 Níquel

Elemento químico de número atômico 28 e massa atômica 58,71 g/mol, cujo símbolo é Ni. Possui características de dureza e resistência à oxidação.

### 3.5 Cádmi

Elemento químico de número atômico 48 e massa atômica 112,40 g/mol, cujo símbolo é Cd. É um sólido, encontrado na natureza como impureza dos minerais que contém zinco.

### 3.6 Chumbo

Elemento químico de número atômico 82 e massa atômica 207,19 g/mol, cujo símbolo é Pb. É um metal sólido, de cor cinza e pouco brilho, baixa dureza e pouco tenaz.

### 3.7 Cobalto

Elemento químico de número atômico 27 e massa atômica 58,93 g/mol, cujo símbolo é Co. É um metal de cor cinza, de brilho semelhante ao do ferro, sólido e de relativa dureza.

### 3.8 Cobre

Elemento químico de número atômico 29 e massa atômica 63,54 g/mol, cujo símbolo é Cu. É um metal vermelho-amarelado, dúctil e maleável.

## 4 APARELHAGEM

Toda vidraria volumétrica utilizada deve ser classe A.

- 4.1 Balões volumétricos aferidos, de diversos volumes.
- 4.2 Pipetas volumétricas aferidas, de diversos volumes.
- 4.3 Béqueres de 100 mL.
- 4.4 Funil analítico de aproximadamente 11 cm de diâmetro.
- 4.5 Bastão de vidro.
- 4.6 Balança analítica, com precisão de 0,1 mg.
- 4.7 Estufa com termostato regulável para 250°C.
- 4.8 Espectrômetro de absorção atômica.
- 4.9 Lâmpada de cátodo oco.

Nota: Opcionalmente, pode-se utilizar lâmpadas de descarga sem eletrodo para os elementos cádmio, chumbo e zinco.

4.10 Ar comprimido filtrado para eliminar óleo, água, pó e outras impurezas.

4.11 Acetileno para absorção atômica.

4.12 Chapa de aquecimento.

## 5 REAGENTES

5.1 Água destilada e desionizada, isenta de metais.

5.2 Ácido nítrico concentrado, p.a.,  $\text{HNO}_3$ .

5.3 Ácido nítrico 1:1.

Diluir 500 mL de ácido nítrico (5.2) em 500 mL de água destilada e desionizada (5.1).

5.4 Ácido clorídrico concentrado, p.a.,  $\text{HCl}$ .

5.5 Ácido clorídrico 1:1:

Diluir 500 mL de ácido clorídrico (5.4) em 500 mL de água destilada e desionizada (5.1).

5.6 Solução-estoque de prata (1000 mg/L):

Pesar 1,575 g de nitrato de prata, p.a.,  $\text{AgNO}_3$ , e dissolver em água destilada e desionizada (5.1). Adicionar 1,5 mL de ácido nítrico (5.2). Diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada (5.1) em balão volumétrico.

Nota: A prata é sensível à luz. Armazenar em frasco âmbar.

5.7 Solução-estoque de zinco (1000 mg/L):

Pesar 1,000 g de zinco metálico em pó,  $\text{Zn}^0$ , e dissolver em 20 mL de ácido clorídrico 1:1 (5.5) a quente. Diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada (5.1) em balão volumétrico.

5.8 Solução-estoque de níquel (1000 mg/L):

Pesar 1,273 g de óxido de níquel, p.a.,  $\text{NiO}$ , previamente seco em estufa por uma hora, e dissolver em um volume mínimo de ácido clorídrico 1:1 (5.5) a quente. Diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada (5.1) em balão volumétrico.

5.9 Solução-estoque de cádmio (1000 mg/L):

Pesar 1,000 g de cádmio metálico em pó, p.a.,  $\text{Cd}^0$ , e dissolver em um volume mínimo de ácido clorídrico 1:1 (5.5) a quente. Diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada (5.1) em balão volumétrico.

5.10 Solução-estoque de cobre (1000 mg/L):

Pesar 1,000 g de cobre metálico em pó, p.a.,  $\text{Cu}^0$ , e dissolver em 15 mL de ácido nítrico 1:1 (5.2) a quente. Diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada (5.1) em balão volumétrico.

### 5.11 Solução-estoque de chumbo (1000 mg/L):

Pesar 1.589 g de nitrato de chumbo, p.a.,  $Pb(NO_3)_2$ , previamente seco em estufa por uma hora, e dissolver em 200 mL de água destilada e desionizada (5.1). Adicionar 1,5 mL de ácido nítrico (5.2). Diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada (5.1), em balão volumétrico.

### 5.12 Solução-estoque de cobalto (1000 mg/L):

Pesar 1.000 g de cobalto metálico, p.a.,  $Co^0$ , e dissolver em um mínimo de ácido clorídrico 1:1 (5.5), a quente. Diluir a 1000 mL com água destilada e desionizada (5.1), em balão volumétrico.

### 5.13 Solução intermediária de Prata, Zinco, Níquel, Cádmio, Chumbo, Cobalto e Cobre (5 mg/L):

Diluir 5 mL das soluções 5.6 a 5.12 em água destilada e desionizada (5.1), aferindo o volume a 1000 mL em balão volumétrico.

Nota: As soluções 5.6 a 5.12 devem ser armazenadas em frascos de polietileno ou polipropileno, por um período máximo de seis meses.

### 5.14 Solução intermediária de chumbo (50 mg/L):

Diluir 50 mL da solução 5.11 em água destilada e desionizada (5.1), completando o volume a 1000 mL em balão volumétrico.

### 5.15 Solução intermediária de cobalto (10 mg/L):

Diluir 10 mL da solução 5.12 em água destilada e desionizada (5.1), completando o volume a 1000 mL em balão volumétrico.

## 6 EXECUÇÃO DO ENSAIO

### 6.1 Princípio do método

A amostra pré-tratada para a determinação do metal é vaporizada e atomizada em chama de ar-acetileno, em condições específicas para cada metal e faixa de concentração. A quantidade de energia radiante emitida por uma lâmpada de cátodo oco ou de descarga sem eletrodo absorvida na chama é proporcional à concentração do elemento na amostra.

### 6.2 Interferentes

6.2.1 Em amostras com alto teor de sólidos dissolvidos, pode ocorrer absorção não-atômica. Este tipo de interferência é minimizado por extração do metal da amostra.

6.2.2 A absorção molecular e o espalhamento da luz pela presença de partículas sólidas na chama pode causar valores errôneos de absorção, resultando em erros positivos. Neste caso, recomenda-se o uso do corretor de ruído de fundo acoplado ao espectrômetro de absorção atômica.

6.2.3 A técnica de evaporação para pré-concentração da amostra deve ser usada com reservas, uma vez que a presença de grandes quantidades de cloreto, como no caso de águas naturais, forma-se cloreto de prata ou chumbo, que podem precipitar ou ser adsorvidos nas paredes do frasco.

6.2.4 A técnica de extração com solvente orgânico é utilizada para eliminar interferências de matriz e para diminuir o limite de detecção do elemento.

6.2.5 Quando a viscosidade, a tensão superficial e os próprios componentes, da amostra não são comparáveis aos dos padrões, emprega-se o método da adição-padrão para minimizar interferências.

### 6.3 Procedimento

#### 6.3.1 Ajuste do aparelho

Em vista da grande variedade de marcas e de modelos de espectrômetros de absorção atômica existentes, é recomendado seguir as instruções de operação constantes do manual que acompanha o aparelho.

#### 6.3.2 Tabelas - diluição da solução intermediária

Preparar soluções-padrão de várias concentrações de prata, zinco, níquel, cádmio, chumbo, cobalto e cobre, fazendo diluições da solução-padrão (5.13) em balão volumétrico, conforme as Tabelas do Anexo.

Notas: a) Deve ser empregado ácido de um mesmo lote na preparação das soluções e no processamento da prova em branco, das soluções-padrão e da amostra.  
b) Opcionalmente, pode-se determinar a equação da reta que melhor se adapte aos pontos obtidos, por meio de regressão linear.  
c) Elaborar uma curva de calibração cada vez que forem preparados ou utilizados novos reagentes, ou após alguma alteração no aparelho.

6.3.3 Efetuar a amostra conforme a Norma CETESB L5.012.

6.3.4 Após a otimização do aparelho, lavar o atomizador, aspirando solução de ácido nítrico 0.15%.

6.3.5 Ajustar a absorvância em zero com a prova em branco, preparada concomitantemente à amostra.

6.3.6 Aspirar a amostra e determinar a absorvância.

Notas: a) Diluir a amostra, caso o valor da absorvância seja superior à do padrão mais concentrado da curva de calibração.  
b) O valor da absorvância obtido após a diluição não pode ser maior que a do padrão mais concentrado, nem menor que a do padrão menos concentrado da curva de calibração.

6.3.7 Desligar o aparelho, seguindo as instruções de operação.

#### 6.4 Adição-padrão

6.4.1 Adicionar a três balões volumétricos de mesma capacidade três porções idênticas de solução-padrão de diferentes concentrações. Completar o volume com a amostra original.

Nota: É recomendável que a concentração do padrão adicionado ao segundo balão corresponda ao dobro daquela adicionada ao primeiro balão e que a concentração do terceiro balão corresponda ao dobro daquela adicionada ao segundo balão.

6.4.2 Efetuar tratamento da amostra original e das submetidas à adição-padrão, conforme a Norma CETESB L5.012.

6.4.3 Aspirar as porções de amostra tratadas em 5.4.2 e determinar a absorvância.

6.4.4 Plotar os valores de absorvância (eixo y) contra a concentração do metal (eixo x). Considerar a concentração de metal na amostra original como sendo zero, e nas demais usar a concentração conhecida que foi adicionada a cada amostra. Construir uma reta com os pontos obtidos. A concentração de metal na amostra é medida no eixo x, na direção negativa, usando a mesma escala de concentração.

#### 7 RESULTADOS

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

---

/ANEXO

## ANEXO - Tabelas

Tabela 1

METAL	CONCENTRAÇÃO (mg/L)	mL de solução (5.13) a elevar a 250 mL com água destilada e desionizada
Ag, Zn	0,1	5,0
Ni, Cd	0,2	10,0
Cu	1,0	50,0

Tabela 2

METAL	CONCENTRAÇÃO (mg/L)	mL de solução (5.13) a elevar a 250 mL com água destilada e desionizada
Pb	1,0	5,0
	2,0	10,0
	5,0	25,0
	10,0	50,0

Tabela 3

METAL	CONCENTRAÇÃO (mg/L)	mL de solução (5.13) a elevar a 250 mL com água destilada e desionizada
Co	0,2	5,0
	0,4	10,0
	1,0	25,0
	2,0	50,0